

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
"Кемеровский государственный университет" (КемГУ)
Кафедра аналитической химии

Н.В. Иванова

О.Н. Булгакова

Е.А. Баннова

Анализ пищевых продуктов

Методические указания к выполнению лабораторных работ

Тексто-графические учебные материалы

Издатель:

Кемеровский государственный университет
650043, г. Кемерово, ул. Красная, 6

Кемерово 2015

© Н.В. Иванова, О.Н.Булгакова,
Е.А. Баннова, 2015
© Кемеровский государственный уни-
верситет, 2015

УДК 543.06
ББК Г4я73-5
И21

Издается по решению
Редакционно-издательского совета КемГУ

Составители:

Иванова Наталья Владимировна, доцент кафедры аналитической химии, к.х.н., доцент,
Булгакова Ольга Николаевна, зав. кафедрой аналитической химии, к.п.н., доцент,
Баннова Елена Александровна, доцент кафедры аналитической химии, к.х.н

И21 Иванова, Н.В. **Анализ пищевых продуктов:** методические указания к выполнению лабораторных работ: тексто-графические учебные материалы [Электронный ресурс] / Н.В. Иванова, О.Н. Булгакова, Е.А.Баннова; Кемеровский государственный университет. – Текстовое электронное издание (Объем 750 Кб). – Кемерово: КемГУ, 2015. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – Систем. требования: Intel Pentium (или аналогичный процессор других производителей), 500 МГц; 512 Мб оперативной памяти; видеокарта SVGA, 1280x1024 High Color (32 bit); 5 Мб свободного дискового пространства; операц. система Windows XP и выше; Internet Explorer 8.0 или другой браузер. – Загл. с экрана. – Номер гос. регистрации в ФГУП НТЦ «Информрегистр» _____ свид. № _____ от _____.201__.

Методические указания к выполнению лабораторных работ разработаны в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом направления подготовки бакалавров «Экология и природопользование» и предназначены для студентов биологического факультета, изучающих дисциплину по выбору «Анализ пищевых продуктов». В методических указаниях приведено описание лабораторных работ по качественному и количественному анализу пищевых продуктов с кратким представлением используемых методик анализа, контрольные вопросы для самоподготовки к защите лабораторных работ. Издание предназначено для студентов 3-5 курсов биологического факультета, а также может быть полезно студентам химического факультета, изучающим дисциплину «Анализ конкретных объектов».

Утверждено
на заседании кафедры аналитической
химии КемГУ.
Протокол № 2 от 16.10.2014 г.
Зав. кафедрой О.Н. Булгакова

Утверждено
на заседании методической комиссии
химического факультета КемГУ.
Протокол № 4 от 30.10.2014 г.
Председатель методкомиссии О.Н. Булгакова

Текстовое электронное издание

Минимальные системные требования:

Компьютер: Pentium 3 и выше, 500 МГц; ОЗУ 512 Мб; 5 Мб на жестком диске; видеокарта SVGA, 1280x1024 High Color (32 bit); привод CD-ROM

Операционная система: Windows XP/7/8

Программное обеспечение: Internet Explorer 8 и выше или другой браузер

Номер государственной регистрации электронного издания _____.

© Н.В. Иванова, О.Н. Булгакова, Е.А. Баннова, 2015

© Кемеровский государственный университет, 2015

Содержание

1.Химический анализ пищевых продуктов.....	5
Лабораторная работа №1	
«Качественный анализ минеральных вод на содержание неорганических ионов»	5
Лабораторная работа № 2	
«Анализ мясных изделий»	8
Лабораторная работа № 3	
«Анализ молочных продуктов»	11
Лабораторная работа № 4	
«Определение содержания остаточного хлора в питьевой воде» .	14
Лабораторная работа №5	
«Определение содержания аскорбиновой кислоты во фруктовых соках».....	17
2.Физико-химические методы анализа пищевых продуктов	
2.1. Потенциометрия.....	18
Лабораторная работа № 6	
Потенциометрическое титрование. Определение кислотности молочных продуктов и пива	24
2.2. Фотометрический анализ	27
Лабораторная работа № 7	
«Фотометрическое определение железа в питьевых водах в виде тиоцианатных комплексов»	31
Лабораторная работа № 8	
«Фотометрическое определение железа в питьевых водах в виде комплексов с сульфосалициловой кислотой»	34
2.3. Атомно-эмиссионный анализ. Фотометрия пламени.	38
Лабораторная работа № 9	
«Пламенно-фотометрическое определение натрия в минеральных водах методом градуировочного графика »	41
Литература	43

Введение

Анализ пищевых продуктов проводится как с целью определения их соответствия установленным показателям качества, так и с целью определения безопасности продуктов для жизни и здоровья потребителя. Основными этапами анализа является отбор представительной пробы, отражающей средний состав всего объекта, подготовка пробы, включающая переведение в удобную форму (чаще всего – раствор) и отделение мешающих компонентов. На заключительном этапе производится определение искомого компонента с использованием подходящего метода анализа.

1.Химический анализ пищевых продуктов

Лабораторная работа №1

«Качественный анализ минеральных вод на содержание неорганических ионов»

К минеральным водам относятся «подземные воды, добытые из водоносных горизонтов или водоносных комплексов, защищенных от антропогенного воздействия, сохраняющие естественный химический состав и относящиеся к пищевым продуктам, а при наличии повышенного содержания отдельных биологически активных компонентов (бора, брома, мышьяка, железа суммарного, йода, кремния, органических веществ, свободной двуокиси углерода) или повышенной минерализации оказывающие лечебно-профилактическое действие» (ГОСТ Р 54316-2011).

Основные показатели качества минеральных вод - общая минерализация (количество растворенных солей кальция, магния, натрия и калия), ионный состав, наличие растворенных газов, содержание органических веществ и микроэлементов, обладающих биологической активностью; радиоактивность, величина рН, температура. Минеральные воды по назначению подразделяют на столовые, лечебно-столовые и лечебные, а по минерализации – от слабоминерализованных до высокоминерализованных. Также различают воды газированные им негазированные.

К минеральным лечебно-столовым водам относят воды с минерализацией от 1 до 10 г/ дм³ или при меньшей минерализации, содержащие биологически активные микрокомпоненты, массовая

концентрация которых не ниже бальнеологических норм, принятых в Российской Федерации. Минеральными лечебными водами являются воды с минерализацией от 10 до 15 г/дм³ или при меньшей минерализации при наличии в них повышенных количеств мышьяка, бора и некоторых других биологически активных микрокомпонентов. Допускается применение лечебных вод и более высокой минерализации. Лечебно-столовые минеральные воды применяются как лечебное средство при курсовом назначении и не систематически в качестве столового напитка. Лечебные питьевые воды обладают выраженным лечебным действием на организм человека и применяются только по назначению врача и в определенной дозировке.

В Российской Федерации организовано производство и реализация минеральных природных столовых вод (часто называемых в мировой практике - "минеральные столовые" воды). Качественный состав питьевых минеральных вод по химическим показателям должен соответствовать требованиям ГОСТ Р 54316-2011 "Воды минеральные природные питьевые. Общие технические условия".

Ход анализа. Используя известные качественные реакции, проведите испытание проб минеральных вод на содержание ионов водорода, карбонат и гидрокарбонат-ионов (суммарно), сульфат-ионов, хлорид-ионов, ионов кальция и магния (суммарно), ионов кальция (отдельно), а также ионов аммония. Результаты определений занесите в таблицу 1, при этом оцените не только присутствие либо отсутствие иона, но и степень выраженности аналитического эффекта (т.е. содержание данного иона в пробе). Например: «—» – отсутствие; «+» – низкое содержание; «++++» – очень высокое содержание. При необходимости проведите отделение либо маскирование мешающих ионов.

Таблица 1.

Результаты анализа проб минеральных вод

Название минеральной воды	Тип (лечебно-столовая и т.п.)	pH	HCO ₃ ⁻ , CO ₃ ²⁻	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	Ca ²⁺ , Mg ²⁺	Ca ²⁺	NH ₄ ⁺

1. Определение рН проводится с помощью универсальной индикаторной бумаги. Результат с точностью до единицы рН оценивается по прилагаемой цветной шкале.

2. Определение карбонат- и гидрокарбонат-ионов. Неорганические кислоты взаимодействуют с карбонатами и гидрокарбонатами с выделением углекислого газа CO_2 . Аналитическим эффектом является выделение характерных пузырьков газа без цвета и запаха.

Выполнение реакции. К 1 см^3 пробы быстро одной порцией добавляют 5-6 капель 2 М раствора HCl .

3. Определение сульфат-ионов проводится с использованием раствора, соли бария, при этом образуется белый осадок, практически не растворимый в кислотах.

Выполнение реакции. К 1 см^3 пробы добавляют 5-6 капель 2 М раствора BaCl_2 . В случае образования белого кристаллического осадка проверяют его растворимость в разбавленных кислотах (HCl либо H_2SO_4).

4. Определение хлорид-ионов. Растворы, содержащие хлориды, дают с ионом Ag^+ белый творожистый осадок AgCl , который темнеет на свету и растворяется в гидроксиде аммония. Так как минеральные воды часто содержат большие количества сульфат-ионов, которые также дают осадок с ионами серебра, необходимо провести их предварительное отделение, действуя на раствор пробы избытком раствора нитрата бария до прекращения выделения осадка.

Выполнение реакции. К 1 см^3 пробы добавляют раствор нитрата бария до прекращения выделения осадка, оставляют на 5 минут и центрифугируют. К 5 – 6 каплям центрифугата добавляют 2-3 капли азотной кислоты и 3–4 капли раствора AgNO_3 . В случае образования осадка рассматривают его цвет и проверяют его растворимость в гидроксиде аммония.

5. Определение суммарного содержания ионов кальция и магния. Органический металл-индикатор эриохром черный Т в аммиачной среде в присутствии ионов кальция и магния меняет окраску с синей на винно-красную.

Выполнение реакции. К 2 см^3 пробы добавляют 2 см^3 аммиачного буферного раствора и сухой индикатор эриохром черный. Перемешивают и оценивают цвет раствора. Для сравнения готовят раствор «свидетеля»: в колбу вносят по 5-6 капель растворов ионов магния

и кальция, добавляют аммиачный буфер и индикатор, как описано выше. Также полезно сравнить наблюдаемый аналитический эффект с окраской раствора индикатора, не содержащего ионы магния и кальция.

6. Определение ионов кальция. Обнаружить ионы кальция в присутствии ионов магния можно с использованием органического индикатора мурексида, по ярко-розовому окрашиванию анализируемого раствора. Реакция проводится в щелочной среде.

Выполнение реакции. К 1 см³ пробы добавляют 5-6 капель 2 М раствора NaOH и сухой мурексид на кончике шпателя. Перемешивают и оценивают окраску раствора, пользуясь для достоверности раствором «свидетеля».

7. Определение ионов аммония NH₄⁺. Проводят качественную реакцию с реактивом Несслера с предварительным осаждением ионов магния и кальция в виде гидроксидов (либо маскированию их с помощью комплексообразователя Трилона Б), так как они мешают обнаружению иона аммония.

Выполнение реакции. К 1 см³ пробы добавляют 2 М раствор NaOH до прекращения выделения осадка гидроксидов (либо 5-6 капель раствора Трилона Б). Центрифугируют и добавляют 5-6 капель реактива Несслера к раствору над осадком. Желто-коричневое окрашивание раствора говорит о присутствии ионов аммония.

Отчет о выполнении анализа. Занесите полученные данные в таблицу. Составьте письменный отчет о проведении анализа, сопроводите его уравнения химических реакций, протекающих при обнаружении ионов. Проведите сравнение результатов анализа с заявленными показателями, приведенными на этикетке минеральной воды. Сделайте вывод об их соответствии.

Лабораторная работа № 2

«Анализ мясных изделий»

1. Качественное определение крахмала в колбасных изделиях

Крахмал добавляется в колбасный фарш в качестве наполнителя, он позволяет получить более однородную и густую консистенцию продукта. Существующие нормы допускают содержание крахмала в колбасных изделиях не превышающее 2%. Метод качественного определения основан на образовании окрашенного в си-

ний цвет иод-крахмального комплекса при воздействии на пробу спиртового либо водного раствора иода, и используется для тех продуктов, в которых добавление крахмала не предусмотрено.

Ход анализа. На свежий срез продукта наносят каплю раствора иода в иодиде калия (в случае жирных продуктов используют спиртовой раствор иода). Синее или чёрное окрашивание свидетельствует о присутствии крахмала в пробе.

2.Определение содержания нитрит-ионов в мясных изделиях с использованием визуальной колориметрической шкалы

Как пищевая добавка, нитрит натрия Е250 применяется в пищевой промышленности в качестве антиокислителя, обеспечивающего изделиям из мяса «естественный цвет», и как антибактериальный агент, препятствующий росту возбудителей ботулизма (*Clostridium botulinum*). Дневное потребление нитритов с пищей должно быть не выше допустимой суточной дозы, утвержденной Министерством здравоохранения РФ в 0,2 мг/кг массы тела (за исключением детей грудного возраста). Согласно ГОСТ Р 52196–2003 «Изделия колбасные вареные. Технические условия» массовая доля нитрита натрия для вареных колбас, сосисок, сарделек и пр. допускается не более 0,005 %.

Определение основано на образовании в присутствии нитрит-ионов, окрашенного в розовый цвет продукта взаимодействия нафтиламина и сульфаниловой кислоты (реактив Грисса). Реакция проводится в уксуснокислой среде. Интенсивность окраски раствора пропорциональна содержанию нитрит-ионов в анализируемом продукте.

Подготовка пробы к анализу. С колбасных изделий снимают оболочку; с фаршированных колбас и языков в шпике - поверхностный слой шпика и оболочку; с окороков, лопаток, рулетов, корейки и грудинки - поверхностный слой шпика; затем пробы дважды измельчают на мясорубке с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Продукты, состоящие из шпика с промежуточными слоями мышечной ткани (ветчина, бекон) измельчают полностью. Полученный фарш тщательно перемешивают, помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью от 200 до 400 см³, заполнив ее, и закрывают крышкой. Пробу хранят при (4±2) °С до окон-

чания анализа. Анализ проводят не позднее, чем через 24 ч после отбора проб. Пробы сырых продуктов необходимо анализировать сразу после измельчения.

Ход анализа. 20 г подготовленной пробы, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают в химический стакан. Заливают 35-40 см³ дистиллированной воды, нагретой до 55°C, и настаивают, периодически перемешивая, в течение 10 мин. Затем водную вытяжку фильтруют через ватный фильтр в мерную колбу вместимостью 200 см³. Навеску несколько раз промывают и переносят на фильтр, где еще дополнительно промывают водой, затем раствор охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки.

Для приготовления вытяжки из сырокопченых продуктов и колбас навеску 20 г заливают 200 см³ предварительно отмеренной и нагретой до (55±2)°C дистиллированной воды и настаивают, периодически помешивая, в течение 30 мин. Затем вытяжку фильтруют, не перенося осадка на фильтр.

20 см³ вытяжки помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора гидроокиси натрия и 40 см³ раствора сернокислого цинка для осаждения белков. Смесь в колбе нагревают 7 мин на кипящей водяной бане, после чего охлаждают, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через обеззоленный бумажный фильтр. Параллельно проводят контрольный анализ на реактивы, помещая в мерную колбу вместимостью 100 см³ вместо 20 см³ вытяжки 20 см³ дистиллированной воды.

Приготовление стандартных растворов для фотометрической шкалы и анализ пробы.

В пять фотометрических пробирок вносят точно измеренные количества стандартного раствора, содержащего 0,001 г/л нитрита натрия (1; 2; 4; 6, 8 см³), в шестую пробирку – 8 см³ экстракта пробы. В каждую пробирку добавляют по 5 см³ реактива Грисса, дистиллированную воду до метки, быстро перемешивают и оставляют для развития окраски на 15 минут. (Вариант 2. В каждую пробирку внести дополнительно 1 см³ 3 М раствора аммиака и 1 см³ 0,2 М раствора HCl, а только затем реактив Грисса). Рассчитывают концентрацию нитрита натрия в стандартных растворах в пробирках с учетом разбавления.

Сравнивают интенсивность окраски раствора в пробирке, содержащей экстракт, с интенсивностью окраски стандартных растворов и визуально определяют концентрацию нитрит-ионов в пробе.

Расчет результатов анализа проводится по формуле:

$$X = \frac{q \cdot 200 \cdot 100 \cdot 15}{m \cdot 8 \cdot 20 \cdot 10^6} \cdot 100\%$$

X – содержание нитрит-ионов в процентах, m – масса пробы (г), q – концентрация нитрит-ионов в пробе (мкг/см³).

Лабораторная работа № 3

«Анализ молочных продуктов»

1. Качественное определение содержания катионов аммония в молоке Аммиак (NH₃) и аммонийные соединения используются производителями в качестве нейтрализующих веществ, снижающих кислотность молока и, тем самым, препятствующих его скисанию. Наличие указанных веществ приводит к целому ряду затруднений технологического характера и резко ухудшает качество молока и молочных продуктов. Определение аммонийного азота проводится качественным методом с использованием реактива Несслера.

Ход анализа. В химический стакан вносят пипеткой 20 см³ молока, нагревают на водяной бане в течение 2-3 минуты при температуре 40 - 45°C, затем добавляют 1 см³ раствора уксусной кислоты (10 % об.). Полученную смесь выдерживают 10 минут до осветления, связанного с осаждением казеина. Далее отбирают 2 см³ сыворотки пипеткой с ваткой на нижнем конце (для предотвращения попадания казеина) в пробирку, добавляют 1 см³ реактива Несслера и перемешивают. Фиксируют окраску раствора не более 1 минуты. Лимонно-желтое окрашивание допустимо, появление более интенсивной желтой либо оранжевой окраски свидетельствует о содержании катионов аммония в молоке выше естественного уровня (чувствительность реакции составляет $(6 \div 9) \cdot 10^{-3} \%$).

2. Качественное определение содержания перекиси водорода в молочных продуктах. В процессе изготовления молочных продуктов одной из стадий является стерилизация бутылок перед розливом для удаления болезнетворных микроорганизмов. Обеззараживание производится 35% раствором перекиси водорода, поэтому

важным является установление содержания этого вещества в готовом продукте.

Ход анализа. В пробирку, закреплённую в штативе, помещают 1 см³ исследуемого молока, не перемешивая, прибавляют две капли раствора серной кислоты (1:3) и 0,2 см³ крахмального раствора йодистого калия (*3 г крахмала растворяют в 20 см³ воды и приливают в колбу к 80 см³ кипящей воды. После охлаждения до температуры 18-25 °С к крахмальному раствору добавляют 3 г KI, растворенного в 5-10 см³ воды. Раствор хранят в холодильнике не более 5 суток.*). Окраску раствора в пробирке наблюдают через 10 минут, не допуская встряхивания. Появление отдельных пятен синего цвета свидетельствует о присутствии перекиси водорода в молоке.

3. Качественное определение крахмала. Крахмал и его модификации добавляется в молочные продукты (сметану, йогурты) в качестве загустителя, который позволяет придать продукту более привлекательную для потребителя консистенцию. Метод качественного определения основан на образовании окрашенного в синий цвет иод-крахмального комплекса при воздействии на пробу спиртового либо водного раствора иода.

Ход анализа. На поверхность продукта наносят каплю раствора иода в иодиде калия. Синее или чёрное окрашивание свидетельствует о присутствии крахмала в пробе.

4. Определение кислотности молочных продуктов. Кислотность молочных продуктов определяется объемом 0,1 М раствора гидроксида натрия NaOH, необходимого для нейтрализации кислот в 100 см³ молока и выражается в градусах Тернера (°Т). Кислотная реакция молока обусловлена присутствием казеина, кислых солей фосфорной и лимонной кислот, растворенным углекислым газом. Под влиянием молочнокислых бактерий в молоке образуется молочная кислота. Кислотность свежего молока – около 16 – 18 °Т; если кислотность достигает 27 – 30 °Т, то при кипячении молоко сворачивается.

Необходимые реактивы, посуда и оборудование.

1. Гидроксид натрия 0,1 моль/дм³ стандартный раствор.
2. Фенолфталеин, этанольный раствор с концентрацией 1 % (масс.).
3. Бюретка на 25 см³.

4. Пипетки объемом 10 и 20 см³.
5. Колба для титрования объемом 100 см³.

Ход анализа

Для определения кислотности молока в колбу для титрования помещают пипеткой 10 см³ молока, доливают 20 см³ воды, 2–3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до появления устойчивой розовой окраски. Кислотность молока в градусах Тернера вычисляют по формуле:

$$K = \frac{c_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 100}{10 \cdot 0,1} = c_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 100,$$

где:

V_{NaOH} – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование 10 см³ молока, см³;

c_{NaOH} – концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³;

10 – объем молока, взятый для титрования, см³;

0,1 – коэффициент пересчета кислотности молока на объем 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия.

Для определения кислотности кефира анализируемый продукт гомогенизируют, отбирают пипеткой 10 см³ и переносят в колбу для титрования. Пипетку промывают 20 см³ дистиллированной воды, промывные воды помещают в ту же колбу, добавляют 2–3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 минуты. Кислотность вычисляют по формуле. Более точные результаты получают при отборе проб с использованием аналитических весов.

Титрование проводят не менее трёх раз, результаты анализа статистически обрабатывают и записывают в виде $K = K_{cp} \pm C$.

Контрольные вопросы

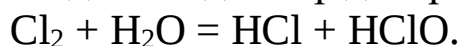
1. Перечислите основные требования к реакциям, применяемым для определения веществ титриметрическими методами.
2. Назовите способы обнаружения конечной точки титрования.
3. Назовите индикаторы, используемые в различных титриметрических методах анализа. Каким требованиям они должны удовлетворять?

4. Как проводят определение кислотности молочных продуктов?
5. Присутствие каких веществ обуславливает кислотность молочных продуктов?

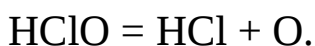
Лабораторная работа № 4

«Определение содержания остаточного хлора в питьевой воде»

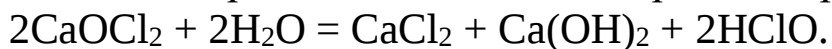
Для обеспечения требуемого санитарными нормами качества водопроводной воды её обеззараживают в процессе водоподготовки с целью уничтожения опасных для здоровья людей патогенных бактерий и энтеровирусов. Среди разнообразных методов обеззараживания воды до сих пор наиболее широко применяют химическое окисление, причем из сильных окислителей предпочтение отдают хлору, озону, гипохлориту натрия, хлорной извести. Впервые хлорирование введено в практику в 1896 г. Дж. Фуллером в штате Кентукки и почти сразу было использовано в Англии для остановки эпидемии брюшного тифа. При введении хлора происходит окисление веществ, входящих в состав протоплазмы клеток бактерий, что вызывает их гибель. Споробразующие бактерии хлор не уничтожает, и это является одним из недостатков данного метода. В воде хлор диспропорционирует:



Образовавшаяся хлорноватистая кислота в кислой и щелочной среде диссоциирует с выделением атомов кислорода, обладающих сильными окислительными свойствами:



При использовании хлорной извести вначале протекает реакция:

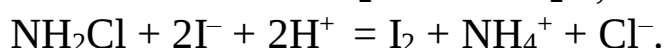
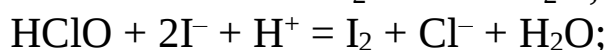
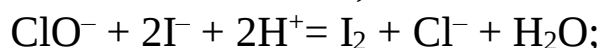
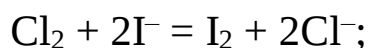


На окисление микроорганизмов расходуется сравнительно небольшая часть введенного в воду хлора, большая же его часть идет на реакции с органическими веществами и некоторыми минеральными примесями, содержащимися в воде. В результате, при хлорировании загрязненной органическими примесями воды, в питьевую воду попадают опасные для здоровья человека органические хлорпроизводные: трихлорметан, различные хлорфенолы и др. Поэтому разрабатываются различные альтернативные методы обеззараживания питьевой воды, однако широкое внедрение их дело будущего, и хлорирование остается основным дешевым, легко кон-

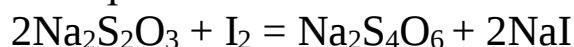
тролируемым процессом дезинфицирования при водоподготовке.

На станциях водоочистки выделяют два этапа хлорирования: первичное и вторичное. Первичное хлорирование используется для удаления из речной воды болезнетворных организмов. Вторичное – проводится на завершающем этапе с целью разрушения любых организмов, оставшихся после фильтрации. Хлор при этом добавляется в избытке по сравнению с уровнем, при котором погибают все микроорганизмы. В результате в воде остается *остаточный свободный (активный) хлор*. Избыток хлора "нейтрализуют" аммиаком, и часть свободного остаточного хлора превращается в *связанный* хлораминовый (в виде NH_2Cl , NHCl_2 и др.). В связи с этим водопроводная вода контролируется на содержание остаточного активного хлора. ПДК для свободного остаточного хлора: 0,3–0,5 мг/дм³, для связанного: 0,8–1,2 мг/дм³.

Сущность определения. Определение содержания *остаточного хлора* в питьевой воде (по ГОСТ 18190-72) проводится иодометрическим методом и основано на способности свободного и связанного активного хлора вытеснять эквивалентное количество I_2 из иодида при подкислении пробы воды (в отличие от неактивного Cl^-):



Выделившийся иод оттитровывают рабочим раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала:



Свободный остаточный хлор, свободный (активный) хлор – это суммарное содержание Cl_2 , HClO и ClO^- в питьевой воде. Эти компоненты способны окислять органический краситель метиловый оранжевый, в отличие от хлораминов. Метиловый оранжевый окисляется необратимо, обесцвечиваясь при этом, поэтому титрование проводят до исчезающей розовой окраски.

Связанный остаточный хлор определяют по разности содержаний *остаточного хлора* и *свободного остаточного хлора*.

Ход анализа. Отбор пробы питьевой воды проводят *после* спуска воды из крана в течение ≥ 15 мин при полностью открытом

кране. Перед этим должны быть приготовлены все растворы и заполнена бюретка 0,005 М рабочим раствором тиосульфата и микробюретка 0,005 %-ным рабочим раствором метилового оранжевого.

В коническую колбу для титрования (на 500 см³) вносят 0,5 г KI (или 5 см³ 10 %-ного), растворяют в ~2 см³ дистиллированной воды, добавляют ацетатный буферный раствор с рН = 4,5 в количестве, равном 1,5 щелочности воды. Затем цилиндром вносят отобранный объем V водопроводной воды (250 см³); при содержании хлора $\leq 0,3$ мг/л – 500 см³ в коническую колбу большего объема. Предварительно заполняют бюретку, приготовленным путем разбавления 0.01 М рабочего раствора. Выделившийся иод оттитровывают 0,005 М раствором тиосульфата по крахмалу до исчезновения окраски иод-крахмального комплекса, добавляя 15-20 капель индикатора к соломенно-желтому раствору. При необходимости повторяют анализ.

Рассчитывают содержание *остаточного активного хлора* (X , мг/ дм³):

$$X = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(\text{Cl}) \cdot 1000}{V} = \frac{0,177 \cdot K \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot 1000}{V},$$

где: 0,177 - титр 0,005 М раствора Na₂S₂O₃ по хлору, мг/ см³;

K - поправочный коэффициент к 0,005 М раствору Na₂S₂O₃.

Определение содержания *свободного остаточного хлора* в питьевой воде проводят титрованием метиловым оранжевым из заранее заполненной микробюретки с краном (на 5 см³) или бюретки на 10 см³. Пробу воды отбирают, как было описано выше, отмеряя мерной колбой 100 см³ анализируемой воды (V) в фарфоровую чашку. Добавляют 2-3 капли 5 М HCl и, помешивая стеклянной палочкой, быстро титруют рабочим раствором метилового оранжевого (м.о.) до исчезающей розовой окраски. При необходимости повторяют анализ. Содержание *свободного остаточного хлора* (X_1 , мг/л) рассчитывают по формуле:

$$X_1 = \frac{0,04 + V(\text{м. о.}) \cdot 0,0217 \cdot 1000}{V},$$

где: 0,04 - эмпирический коэффициент; 0,0217 - содержание свободного активного хлора (мг), соответствующее 1 см³ 0,005 % раствора метилового оранжевого.

Рассчитывают содержание в питьевой воде *связанного остаточного хлора* (хлорамина) (X_2 , мг/дм³) по разности:

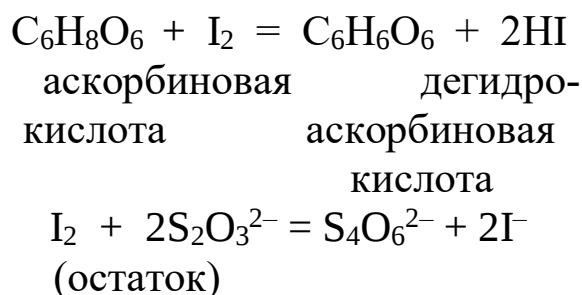
$$X_2 = (X - X_1).$$

Полученные в работе результаты сопоставляют с величинами ПДК и делают выводы о соответствии питьевой воды нормам качества.

Лабораторная работа №5 **«Определение содержания аскорбиновой кислоты** **во фруктовых соках»**

Аскорбиновая кислота или витамин С является углеводом ряда L- глицеринового альдегида, широко распространенным в природе. Витамин С не синтезируется в организме человека и является необходимым пищевым фактором; его недостаток приводит к старению и тяжелым заболеваниям (цинга). Наиболее важными источниками аскорбиновой кислоты для человека служат продукты растительного происхождения (овощи и фрукты): перец, салат, капуста, хрен, укроп, ягоды рябины, черной смородины, цитрусовые. Повседневно организм получает витамин С с картофелем, хотя его содержание в картофеле невелико и снижается за время хранения от 25 до 5 мг/100 г. Из не пищевых источников витамином С богаты шиповник, листья черной смородины, отварами которых можно пополнять запасы его в организме. Суточная потребность взрослых в витамине С составляет 50-100, детей – 30-70 мг.

Определение аскорбиновой кислоты проводится методом обратного иодометрического титрования согласно следующим реакциям:



Ход анализа. В две колбы для титрования помещают, соответственно, 20 см³ дистиллированной воды (холостая проба) и 20,00 см³ (V) пробы фруктового сока (или отвара). Добавляют по 4 см³ 6 М H₂SO₄ и по 10,00 см³ 0,01 н. раствора I₂. Колбы прикрывают стеклянной пробкой или кусочками стекла и оставляют в темноте на 3 – 5 минут. Затем последовательно титруют рабочим раствором

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ с установленной концентрацией до исчезновения синей окраски иод-крахмального комплекса от последней капли титранта, отмечая по бюретке его расход (мл): V_1 – на холостую пробу и V_2 – на пробу сока. Крахмал добавляют в конце титрования, когда раствор иода приобретет соломенно-желтую окраску. В указанных условиях другие восстановители, например, глюкоза, не реагируют с иодом. Рассчитывают массу (мг) аскорбиновой кислоты ($M = 176,1$ г/моль) в 100 см^3 сока:

$$m(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot (V_1 - V_2) \cdot M(1/2\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) \cdot 100}{V}, \text{ мг.}$$

Примечание: для соков с содержанием 5 – 8 мг витамина С на 100 г (по указателю пищевой ценности) объем иода может быть уменьшен до $5,00 \text{ см}^3$.

Полученные в работе результаты сопоставляют с характеристиками на упаковках и делают выводы о соответствии сока нормам качества.

Контрольные вопросы:

1. В какой среде рекомендуют проводить реакцию титрования иода тиосульфатом и почему?
2. Какой прием титрования применяют при определении остаточного активного хлора в воде? Приведите уравнения реакций.
3. Какой прием титрования используют при проведении иодометрического определения аскорбиновой кислоты? Приведите уравнения реакций.
4. С какой целью проводится титрование «холостой пробы» при определении аскорбиновой кислоты?

2. Физико-химические методы анализа пищевых продуктов

2.1. Потенциометрия

Потенциометрический метод анализа основан на измерении электродного потенциала, величина которого обусловлена концентрацией (точнее, активностью) потенциалопределяющего компонента раствора.

Для расчета электродного потенциала (E , В) служит уравнение Нернста:

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln a,$$

где E^0 – стандартный потенциал, В; R – универсальная газовая постоянная (8,31 Дж); T – абсолютная температура, К; F – число Фарадея (96 490 Кл/моль); n – заряд потенциалопределяющего иона, a – его активность.

После введения численных значений величин R и T , (температуру принимают равной 298 К (25° С)), и учета коэффициента перехода от натуральных логарифмов к десятичным (2,3) получают уравнение:

$$E = E^0 + \frac{0,059}{n} \lg a.$$

Активность ионов связана с концентрацией c соотношением $a = f \cdot c$, где f – коэффициент активности. В разбавленных растворах коэффициент активности близок к единице, в этом случае уравнение Нернста имеет вид:

$$E = E^0 + \frac{0,059}{n} \lg c.$$

Потенциометрический метод анализа подразделяется на прямую потенциометрию (ионометрию) и потенциометрическое титрование. Прямая потенциометрия основана на измерении потенциала индикаторного электрода и расчете концентрации определяемых ионов по уравнению Нернста. В основе потенциометрического титрования лежит резкое изменение потенциала индикаторного электрода в точке эквивалентности. Используемый в потенциометрических определениях гальванический элемент включает два электрода, которые погружают в один раствор (гальванический элемент без переноса) или в два различных по составу раствора, соединенных жидкостным контактом (цепь с переносом).

Электроды

По назначению электроды делятся на индикаторные и электроды сравнения. Электрод, потенциал которого зависит от активности (концентрации) определяемых ионов в растворе, называют индикаторным. Электрод, потенциал которого не зависит от концентрации

определяемых ионов, называется электродом сравнения. В потенциометрическом методе анализа применяют индикаторные электроды двух классов:

1. Электронообменные электроды, на межфазных границах которых протекают реакции, сопровождающиеся переходом электронов.
2. Мембранные или ионоселективные электроды на межфазных границах которых протекают ионообменные процессы. К таким электродам относится стеклянный электрод, который очень часто используется в потенциометрии.

Устройство комбинированного стеклянного электрода

Электродом состоит из стеклянного шарика (мембрана) диаметром 15-20 мм с толщиной стенок 0,06 – 0,1 мм, изготовленного из стекла особого состава ($\text{Me}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ где Me - Li, Na). Шарик расположен на конце стеклянной трубки (рис.1). Внутри шарика - раствор с определенным значением pH ($0,1 \div 0,01 \text{ M HCl}$), в который погружен электрод сравнения – хлоридсеребряный или каломельный.

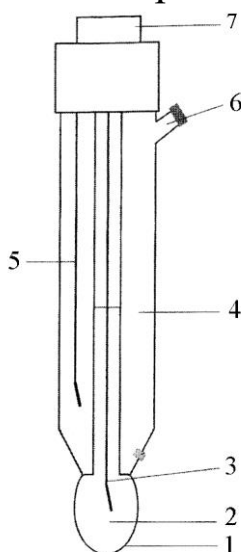
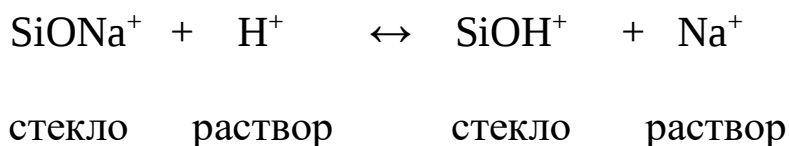
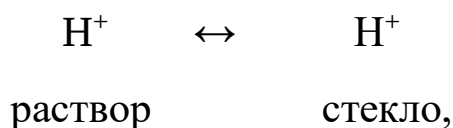


Рис.1. Стеклянный мембранный электрод. 1 – стеклянная мембрана, чувствительная к изменению pH; 2 – внутренний раствор; 3 – внутренний электрод сравнения; 4 – внешний раствор сравнения; 5 – внешний электрод сравнения; 6 – отверстие для заполнения электрода; 7 – электрический контакт.

Перед работой стеклянный электрод некоторое время вымачивают в 0,1 М растворе HCl. При этом ионы H^+ из раствора обмениваются на ионы Na^+ из мембраны, и в системе устанавливается равновесие:



Если подготовленный таким образом электрод опустить в раствор, содержащий ионы H^+ , произойдет обмен ионами водорода между анализируемым раствором и внешней поверхностью мембраны, т.е. протекает электродная реакция



приводящая к возникновению потенциала. Величина этого потенциала зависит от активности ионов H^+ в анализируемом растворе:

$$E = E^0 + 0,059 \lg \frac{a_{H^+(p-p)}}{a_{H^+(cm)}}.$$

На внутренней поверхности стекла также возникает потенциал, который остается постоянным в растворе с постоянной активностью ионов водорода.

Для определения pH в исследуемый раствор погружается стеклянный индикаторный электрод и хлорсеребряный электрод сравнения (иногда вся система комбинируется в одном электроде – комбинированный электрод).

Разность потенциалов между электродами в такой ячейке складывается из алгебраической суммы потенциалов, возникающих на отдельных поверхностях разделов фаз; испытуемый раствор - внешняя поверхность стекла (E_1), внутренняя поверхность стекла - стандартный раствор кислоты (E_2), стандартный раствор - вспомогательный хлорсеребряный электрод (E_3) и потенциал электрода сравнения, погруженного в исследуемый раствор (E_4):

$$\Delta E = E_1 + E_2 + E_3 + E_4.$$

Переменным, зависящим от рН исследуемого раствора, является только E_1 , поэтому:

$$\Delta E = K + E_1 = K + E^0 + 0,059 \lg a_{H^+} = K + E^0 + 0,059 \text{ рН}$$

Стеклянный электрод пригоден для измерения рН от 0 до 10, При $\text{рН} > 10$ возникает "щелочная ошибка" вследствие обмена ионов Na^+ из раствора. Для особых сортов стекла, содержащего Cs, La щелочная ошибка мала и измерения можно проводить до $\text{рН} = 14$. Кроме того, точность показаний стеклянного электрода снижается в присутствии белков и других органических соединений с большими молекулам, способными адсорбироваться на поверхности стекла.

Правила работы со стеклянным (комбинированным) электродом

Подготовленный к работе электрод хранят в дистиллированной воде или 0,1 М растворе HCl. Перед проведением измерений электрод следует тщательно промыть дистиллированной водой. Перед погружением в буферный раствор остатки воды удалить осторожным промоканием фильтровальной бумагой.

При погружении электрода в исследуемые растворы следует следить за глубиной погружения: место выхода электрического контакта с внутренним раствором электрода должны находиться в исследуемом растворе. При проведении титрования следует избегать повреждения мембраны якорьком магнитной мешалки, поэтому расстояние от дна стакана для титрования до мембраны должно быть ~1,5 см. После окончания измерения электрод следует промыть и погрузить в стаканчик с дистиллированной водой.

Прибор для потенциометрических измерений.

В данной работе измерение рН проводится на приборе рН-метре "Mera-ELWRO", имеющем высокое входное сопротивление ($\sim 10^{12}$ Ом). Расположение регуляторов на верхней панели прибора показано на рис.2.

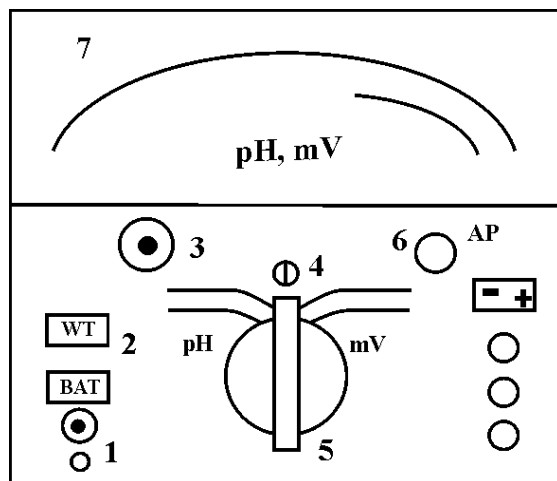


Рис.2. Верхняя панель рН–метра. 1 – клемма для подключения комбинированного электрода; 2 – кнопка включения питания; 3 – регулировка температуры; 4 – механический нуль; 5 – переключатель вида работ; 6 – регулятор настройки по буферным растворам; 7– шкала рН.

Порядок работы на рН-метре

1. Подключить рН–метр к сети 220 В с помощью сетевого шнура.
2. Комбинированный стеклянный электрод подключить рН-метру в положение "1".
3. Положение стрелки прибора должно соответствовать значению шкалы 0. Для установки механического нуля можно воспользоваться "4".
4. Включить прибор нажатием кнопки "2" за 20-30 мин. до проведения измерений.
5. С помощью регулятора "3" установить нужное значение температуры по шкале температур. Переключатель "5" при этом должен находиться в положении "Т".
6. При проведении измерений pH в интервале 0 – 14 переключатель "5" установить в положение "14 pH ", Для точных измерений pH в интервале 0 – 2,8 переключатель установить в положение "2,8 pH ".
7. Проверить настройку прибора по двум буферным растворам $pH = 4,02$ и $pH = 9,18$. Для этого электрод последовательно погрузить в стаканчик с соответствующим буферным раствором. В случае несовпадения показаний по шкале прибора с соответствующим значением рН провести настройку с помощью регулятора "6".

8. После проведения настройки можно приступить к измерению pH исследуемого раствора.
9. После окончания работы прибор выключись, вернув регулятор "5" в положение "Т", отжав кнопку "2" и отключив от сети.

Графические способы установления точки эквивалентности при потенциометрическом титровании.

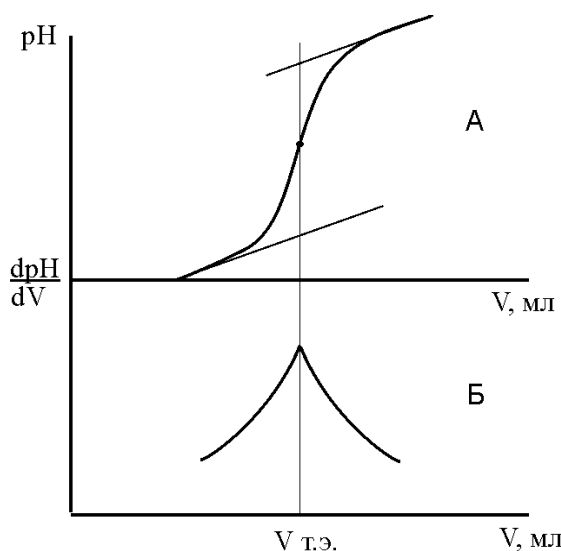


Рис.3. Кривые потенциометрического титрования:

А — интегральная кривая,
Б — дифференциальная кривая.

Графические способы определения точки эквивалентности представлены на рис.3.

Потенциал в точке эквивалентности ($E_{т.э.}$) и соответствующий объем титранта, находят в точке перегиба кривой титрования (в середине скачка).

Лабораторная работа № 6

Потенциометрическое титрование. Определение кислотности молочных продуктов и пива

Определение основано на потенциометрическом титровании кислот и кислых солей, содержащихся в молочных продуктах и пивных напитках, кислотно-основным методом с использованием стеклянного мембранного электрода.

Необходимые аппаратура, посуда и реактивы

1. pH-метр.
2. Стеклянный электрод, комбинированный с хлорсеребряным электродом сравнения.
3. Магнитная мешалка.

4. Бюретка на 25 мл.
5. Пипетка на 10 мл.
6. Мерная колба емкостью 50 мл.
7. Стакан для титрования.
8. Раствор NaOH, 0,1 М.
9. Буферные растворы с $pH = 4,02$; $pH = 9,18$.
10. Дистиллированная вода.

Порядок выполнения работы

1. Подготовить pH-метр к работе.
2. Заполняют бюретку 0,1 М раствором NaOH.
3. В стакан для титрования помещают якорь магнитной мешалки, вносят аликвоту пробы ($V_{ал}$): для молока, сливок и кефира – 10 см³, и разбавляют небольшим количеством дистиллированной воды с учетом правил погружения комбинированного электрода.
При определении кислотности пива отбирают аликвоту 20 см³, освобожденного от диоксида углерода напитка (для этого пиво объемом 200 см³ помещают в колбу объемом 500 см³, закрывают пробкой с газоотводной трубкой и встряхивают 20–30 мин в лабораторном шейкере).
4. Стакан с титруемым раствором устанавливают на мешалку и погружают в него стеклянный электрод.
5. Устанавливают бюретку в положение, удобное для титрования;
6. Включают мешалку.
7. Проводят ориентировочное титрование, добавляя титрант равными порциями по 0,5 мл, и измеряя pH после каждой порции титранта. Результаты заносят в таблицу 2.

Таблица 2

Результаты первого (ориентировочного) титрования

$V_{NaOH}, \text{мл}$	0	0,5	1,0	1,5	...	N
pH						
ΔpH						

8. По максимальному значению ΔpH приблизительно определяют точку эквивалентности.

9. Выполняют точное титрование новой аликвотной порции задачи при тех же условиях, прибавляя вблизи точки эквивалентности по 0,1 мл титранта.

10. Результаты записывают в таблицу 3.

11. Объем 0,1 М NaOH в точке эквивалентности (V_{NaOH}) находят из дифференциальной кривой титрования, построенной в координатах $\Delta pH/\Delta V - V$ (рис.3).

Таблица 3

Результаты второго (точного) титрования

$V_{NaOH}, \text{мл}$	ΔV	pH	ΔpH	$\Delta pH/\Delta V$

14. Кислотность молочных продуктов в градусах Тернера ($^{\circ}T$) рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{c_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 100}{10 \cdot 0,1} = c_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 100 .$$

Кислотность пива (в единицах объема 1 М раствора NaOH (в см³), затраченного на нейтрализацию 100 см³ пива) рассчитывают по формуле:

$$K = 0,5 \cdot V_{NaOH}.$$

Контрольные вопросы:

1. Как поводится анализ методом потенциометрического титрования? Перечислите основные достоинства этого метода.

2. В чем заключается принцип работы стеклянного мембранного электрода? В каком случае он называется комбинированным?

3. В каком интервале можно проводить измерения pH растворов с использованием стеклянного электрода?
4. Какие вещества определяют кислотность молочных продуктов и пивных напитков?
5. Как связан потенциал стеклянного электрода с pH анализируемого раствора?

2.2. Фотометрический анализ

Фотометрический анализ включает *спектрофотометрию*, *фотоколориметрию* и визуальную фотометрию, которую обычно называют *колориметрией*.

Каждое вещество поглощает определенные (характерные только для него) длины волн, т. е. *длина волны* поглощаемого излучения индивидуальна для каждого вещества, и на этом основан качественный анализ по светопоглощению.

Основой количественного фотометрического анализа является закон *Бугера—Ламберта—Бера*:

$$I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon lc} \quad (1)$$

где I_0 , I — интенсивности потоков света, направленного на поглощающий раствор и прошедшего через него;

c — концентрация вещества, моль/л;

l — толщина светопоглощающего слоя, см;

ε — *молярный коэффициент светопоглощения*.

Из уравнения (1) следует $(I/I_0) = 10^{-\varepsilon lc}$, откуда

$$\lg(I/I_0) = -\varepsilon lc, \text{ или } -\lg(I/I_0) = A = \varepsilon lc,$$

где A — *оптическая плотность* раствора.

Часто используют также величину, называемую *пропусканием*, T :

$$T = \frac{I}{I_0}.$$

Уравнение $A = \varepsilon lc$ называют законом Бугера—Ламберта—Бера. При выполнении этого закона зависимость оптической плотности от концентрации окрашенного вещества имеет вид прямой, проходящей через начало координат. Для определения concentra-

ции анализируемого вещества чаще всего используют метод градуировочного графика.

Общие рекомендации по выполнению лабораторных работ.

При выполнении настоящего практикума, необходимо:

- строго следовать методике приготовления растворов (соблюдайте порядок сливания реагентов, поддерживайте нужную кислотность);

- выполнять правила приготовления растворов, отбора аликвот, измерения объемов и пр.;

- соблюдать чистоту кювет для измерения светопоглощения. Перед заполнением кювету ополаскивают небольшой порцией исследуемого раствора во избежание его разбавления остатками воды после промывания кюветы;

- кювету заполнять до такого уровня, чтобы весь световой поток проходил через слой раствора. Кюветы устанавливать в строго определенное положение во избежание «кюветной» ошибки;

- ознакомиться с описанием прибора и порядком измерений;

- по окончании работы выключить прибор, вымыть посуду и кюветы и сдать их лаборанту. Привести в порядок рабочее место.

Порядок работы на фотоэлектроколориметре ФЭК-56М

Прибор предназначен для измерения оптической плотности растворов пределах от 0 до 1,3; большие оптические плотности измеряются менее точно.

Принцип работы фотоэлектроколориметров состоит в сравнении интенсивности потоков света, прошедшего через растворитель (I_0) и через исследуемый раствор (I). Внешний вид и оптическая схема ФЭК-56М представлена на рис. 4 и 5.

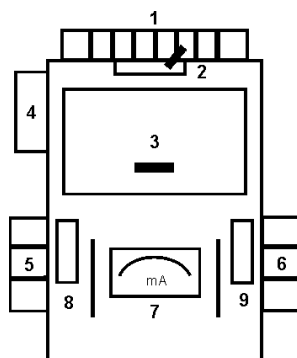


Рис. 4. Внешний вид фотоэлектроколориметра ФЭК-56М: 1 – источник света (лампа накаливания); 2 – шторка; 3 – кюветное отделение; 4 – барабан светофильтров; 5, 6 – левый и правый барабаны; 7 – микроамперметр; 8, 9 – шкалы для считывания показаний.

Для измерения светопоглощения выбирают спектральную область, в которой чувствительность анализа наиболее высокая. Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М снабжен кассетой с девятью светофильтрами. При выборе светофильтра необходимо знать области поглощения света веществом (его спектр).

Таблица 4.

*Соотношение окраски растворов и характеристики
светофильтров*

Окраска раствора	Длина волны света поглощаемого раствором, нм	Цвет светофильтра	Длина волны пропускаемого светофильтром света, нм
Зеленовато-желтая	400	Фиолетовый	400 – 430
Желтая	425	Синий	420 – 450
Оранжевая	450	Зеленовато-синий	430 – 460
Красная	490	Синевато-зеленый	460 – 500
Пурпурная	510	Зеленый	490 – 530
Фиолетовая	530	Зеленовато-желтый	520 – 550
Синяя	590	Желтый	590
Сине-зеленая	640	Красный	600 – 650

Как известно, ощущение цвета возникает в результате воздействия на зрительный нерв электромагнитного излучения с длинами волн 380-760 нм (т. н. видимая часть спектра). Суммарное действие электромагнитных излучений во всем указанном интервале вызывает ощущение белого цвета. При отсутствии в видимой части спектра определенного интервала длин волн возникнет ощущение

цветности. Если вещество поглощает луч какого-либо цвета (назовем его спектральным), оно окрашивается в так называемый дополнительный цвет. Именно он возникает в зрительном аппарате, если из белого луча изымается спектральный цвет. Например, если вещество поглощает свет с длиной волны 590 нм (желтый), то оно окрашено в синий цвет (425 нм).

В соответствии с вышесказанным, цвет светофильтра должен являться дополнительным по отношению к окраске раствора (табл.4).

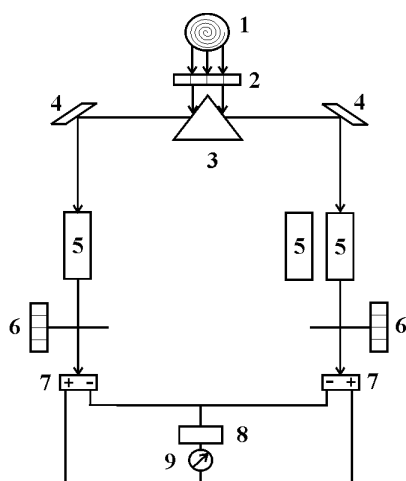


Рис. 5. Оптическая схема ФЭК-56М. 1 – источник света; 2 – сменный светофильтр; 3 – призма; 4 – зеркала; 5 – кюветы с растворами; 6 – раздвижные диафрагмы с измерительными барабанами; 7 – фотоэлементы; 8 – усилитель; 9 – микроамперметр.

Порядок работы на приборе ФЭК-56М:

1. Включить блок питания и лампу накаливания за 30 минут до начала измерений для предварительного прогрева.
2. Световые пучки перекрывают шторкой.
3. Рукояткой «нуль» установить стрелку микроамперметра на «0».
4. С помощью рукоятки с цифрами 1- 8 (левая панель) устанавливают нужный светофильтр.
5. Правый и левый барабаны устанавливают на «0» по шкале светопропускания (черного цвета).
6. Открывают шторку. Положение стрелки микроамперметра не должно измениться. Закрывают шторку.
7. На пути левого светового пучка устанавливают кювету с растворителем на все время измерений. На пути правого пучка кювету с

исследуемым раствором и рядом еще одну кювету с растворителем. Все кюветы должны быть одинаковыми.

8. Правый барабан устанавливают на 100 делений по шкале светопропускания (черная).

9. Открывают шторку и вращением левого барабана устанавливают стрелку микроамперметра на «0».

10. Поворотом рукоятки заменяют кювету с исследуемым раствором на кювету с растворителем на пути правого пучка света. Стрелка микроамперметра смещается. Вращением правого барабана вновь выводят стрелку на «0» (левый барабан остается в прежнем положении). По красной шкале правого барабана отсчитывают величину оптической плотности исследуемого раствора за вычетом оптической плотности растворителя при данном светофильтре. Измерения проводят три раза, данные записывают в журнал.

Описанный порядок измерений (растворитель → раствор → растворитель) позволяет исключить ошибку, связанную с нелинейностью характеристик фотоэлементов, т.к. потоки света, поступающие на фотоэлемент, остаются неизменными как в начале, так и в конце измерения.

Во время измерений барабаны следует подводить к нужному положению каждый раз с одной и той же стороны, чтобы исключить люфт в механизме.

По окончании работы закрывают шторку, выключают электропитание, вынимают кюветы, промывают их дистиллированной водой, сушат и убирают в футляр.

Лабораторная работа № 7

«Фотометрическое определение железа в питьевых водах в виде тиоцианатных комплексов»

Содержание ионов железа является одним из важнейших нормируемых показателей качества питьевых вод (ПДК – 0,3 мг/дм³), избыточные количества этих ионов придают неприятный вкус воде и при длительном ее употреблении могут вызвать серьезные заболевания. Метод определения ионов железа основан на измерении светопоглощения интенсивно окрашенных в красный цвет комплексов железа (III) с тиоцианат-ионами. В зависимости от pH и концентрации реагента образуются комплексные соединения с раз-

ным количеством лигандов: от $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ до $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$, причем их спектральные характеристики различны. Поэтому для получения воспроизводимых и точных результатов следует обеспечить избыток тиоцианат-ионов во всех растворах.

Реактивы. Железоаммонийные квасцы $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, стандартный раствор с содержанием железа 2 мг/см^3 . Тиоцианат калия (аммония) KSCN (NH_4SCN), 10 % -й раствор. Хлороводородная кислота HCl , 2М раствор.

Посуда. Колбы мерные (50 и 100 см^3). Пипетка (20 см^3). Бюретка (25 см^3).

Порядок выполнения работы:

1. Выбор светофильтра

Необходимо выбрать такой светофильтр, чтобы поглощение света раствором тиоцианатных комплексов железа было максимальным.

Приготовление раствора тиоцианатных комплексов железа

20 см^3 стандартного раствора железо-аммонийных квасцов $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ с концентрацией железа 2 мг/см^3 , подкисленной соляной кислотой, вносят пипеткой на 20 см^3 в мерную колбу на 100 см^3 и при перемешивании доводят до метки дистиллированной водой. Этим раствором (назовем его раствором №1), имеющим концентрацию железа $0,4 \text{ мг/см}^3$, будем пользоваться для приготовления всех растворов железа (III) в данной работе.

10 см^3 раствора №1 вносят в мерную колбу на 50 см^3 , подкисляют 5 см^3 2М HCl , добавляют 5 см^3 10% -ного раствора тиоцианата аммония NH_4SCN и при перемешивании доводят до метки дистиллированной водой.

На фотоэлектроколориметре ФЭК-56М, пользуясь кюветами на 10 мм, измеряют оптическую плотность этого раствора при всех девяти светофильтрах. Полученные данные заносят в журнал в виде таблицы.

№ свето- фильтра	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Оптическая плотность									

По этим данным строят кривую светопоглощения в координатах оптическая плотность – номер светофильтра (длина волны) и по графику выбирают такой светофильтр, при котором оптическая плотность максимальна.

2. Построение калибровочного (градуировочного) графика оптическая плотность - концентрация ионов железа

Приготовление растворов тиоцианата железа с различной концентрацией. В три мерные колбы на 50 см³ вводят соответственно 5, 8, 10 см³ раствора № 1 (концентрация железа (III) в котором 0,4 мг/см³). В каждую из колб добавляют для подкисления по 5 см³ 2М HCl и по 5 см³ 10%-ного раствора тиоцианата аммония (или калия), при перемешивании растворы доводят до метки дистиллированной водой.

Затем проводят измерения оптических плотностей растворов на приборе ФЭК – 56М при выбранном светофильтре. Данные измерений заносят в журнал. На основании этих данных строят градуировочный график в осях оптическая плотность (ось ординат) - концентрация железа (ось абсцисс).

Данные представляют в виде таблицы.

$C(Fe^{3+}),$ мг/см ³	Оптическая плотность A			
	A_1	A_2	A_3	A_{cp}
C_1				
C_2				
C_3				
C_4				
C_5				

3. Определение ионов железа в исследуемой пробе питьевой воды

Подготовка пробы питьевой воды к анализу. При массовой концентрации ионов железа не более 2,00 мг/дм³ отбирают 50 см³ анализируемой воды в коническую колбу объёмом 100 см³ и добавляют 0,2 см³ концентрированного раствора HCl. Пробу упаривают до

объёма 30-40 см³ и переносят в мерную колбу объемом 50 см³, коническую колбу ополаскивают несколько раз небольшими объёмами дистиллированной воды, смывы сливают в ту же мерную колбу.

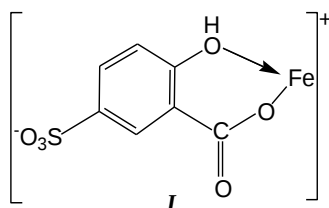
Анализируемый раствор в колбе вместимостью 50 см³ (V₁) доводят до метки водой. 20 см³ (V_n) этого раствора вводят в колбу на 50 см³ (V₂), добавляют 5 см³ 2М НСl, 5 см³ 10% раствора тиоцианата калия (аммония) и доводят до метки дистиллированной водой при перемешивании. Измеряют оптическую плотность этого раствора при выбранной длине волны. С помощью градуировочного графика определяют концентрацию железа. Рассчитывают массу железа в исследуемой пробе, учитывая все произведенные разбавления.

$$g = \frac{c(Fe) \cdot V_2}{1000} \cdot \frac{V_1}{V_n}, \text{ г}$$

Лабораторная работа № 8

«Фотометрическое определение железа в питьевых водах в виде комплексов с сульфосалициловой кислотой»

Количественное фотометрическое определение содержания ионов железа (III) также можно проводить путем измерения светопоглощения окрашенных в розово-фиолетовый цвет комплексных соединений железа с сульфосалициловой кислотой в кислой среде (рН = 3). Состав соединения соответствует следующей формуле:



Подготовка пробы питьевой воды к анализу описана выше (см. текст лабораторной работы № 6).

Реактивы. Кислота сульфосалициловая C₇H₆O₆S, 25%-й раствор. Квасцы железосамонийные NH₄Fe(SO₄)₂ · 12H₂O (к). Аммиак NH₃, водный 10% -й раствор. Кислота серная H₂SO₄ (х.ч.) 0,05М раствор.

Посуда. Пипетка градуированная (10 см³) и простая (2 см³). Колбы мерные (50 и 100 см³). Цилиндры мерные (10 и 25 см³).

Аппаратура. Фотоэлектроколориметр АР-101

Фотоэлектроколориметр АР-101

Цифровой фотоэлектроколориметр АР – 101 (рис. 6) предназначен для измерения оптической плотности и коэффициента пропускания в диапазоне длин волн 400 – 800 нм. Источником света является вольфрамовая лампа, приемником – кремниевый фотодиод. Прибор позволяет производить непосредственное измерение концентрации определяемого вещества в кювете после калибровки (с использованием фактора F).

При проведении работ с колориметром АР–101 используются оптические стеклянные фильтры с максимумами пропускания при 420, 460, 510, 540, 600 нм.

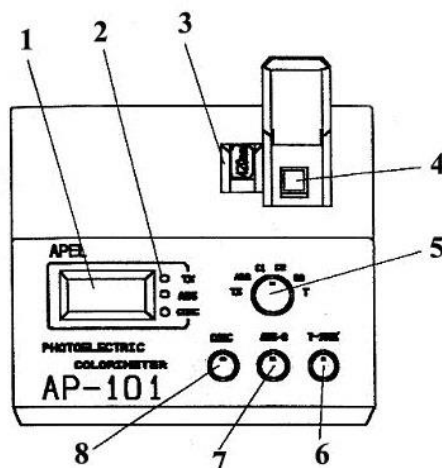


Рис. 6. Внешний вид прибора АР-101. 1 – дисплей; 2 – индикаторы выбранных функций; 3 – держатель фильтров; 4 – измерительная камера; 5 – переключатель режимов; 6 – ручка T-100%; 7 - ручка ABS-0; 8 – ручка CONC.

Измерение оптической плотности *A* с помощью колориметра АР-101

1. Включают прибор. Для стабилизации интенсивности свечения лампы прибор необходимо прогреть около 15 минут.
2. Вставляют выбранный светофильтр в держатель.
3. Помещают кювету (не менее 1 мл) с раствором сравнения в держатель кюветы.

4. Поворачивают переключатель режимов (5) в позицию «А» (оптическая плотность).
5. Ручкой «АВС-0» устанавливают на дисплее индикатор «00.0».
6. Затем заменяют кювету с раствором сравнения на кювету с пробой (не менее 1 мл).
7. Считывают значение оптической плотности пробы с дисплея.

Порядок выполнения работы:

1. Приготовление стандартных растворов сульфосалициловых комплексов железа.

В мерные колбы на 50 см³ поместить 0, 2, 4, 6, 8 и 10 см³ стандартного раствора железо-аммонийных квасцов, в каждую колбу добавить 3 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 1 см³ серной кислоты и довести до метки дистиллированной водой.

2. Получение спектра поглощения сульфосалицилата железа и выбор светофильтра. Самый концентрированный раствор наливают в кювету фотоэлектроколориметра ($l = 1$ см); в качестве раствора сравнения берут воду. Измеряют оптическую плотность полученного раствора для всех светофильтров или в диапазоне длин волн 400 – 600 нм. Строят кривую светопоглощения в координатах оптическая плотность – длина волны и выбирают для дальнейшей работы светофильтр, соответствующий максимуму поглощения света окрашенным соединением (λ_{max}).

Полученные данные заносят в журнал в виде таблицы.

Номер светофильтра	1	2	3	4	5
Оптическая плотность А					

3. Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика измеряют оптическую плотность приготовленных стандартных растворов железоаммонийных квасцов, содержащих различные количества железа.

Измеряют оптическую плотность стандартных растворов

(A_{cm}) в выбранных условиях (три параллельных измерения для каждого раствора) и строят градуировочный график в координатах *оптическая плотность – концентрация ионов железа*. Данные представляют в виде таблицы.

$C(Fe^{3+}), \text{мг/см}^3$	Оптическая плотность A			
	A_1	A_2	A_3	A_{cp}
C_1				
C_2				
C_3				
C_4				
C_5				

3. *Фотометрирование исследуемого раствора.* Подготовленную к анализу пробу в колбе на 50 см^3 (V_1) довести до метки дистиллированной водой. Перемешать, отобрать аликвоту 10 см^3 (V_n) и поместить ее в колбу на 50 см^3 (V_2), добавить 3 см^3 сульфосалициловой кислоты, 1 см^3 серной кислоты и довести до метки дистиллированной водой. Измерить оптическую плотность A_x (три параллельных определения) при выбранном светофильтре ($l = 1 \text{ см}$). Концентрацию железа в исследуемом растворе (c_x) определить по градуировочному графику. Рассчитать содержание ионов железа в пробе.

$$g = \frac{c(Fe) \cdot V_2}{1000} \cdot \frac{V_1}{V_n}, \text{г}$$

Контрольные вопросы:

1. Как выбрать подходящий светофильтр для измерения оптической плотности раствора, руководствуясь только его окраской? Какой светофильтр следует использовать при фотометрировании синих растворов?
2. В каких координатах строят кривую светопоглощения (спектр) вещества?
3. Какие экспериментальные данные нужны для построения градуировочного графика?

4. Сформулируйте закон Бугера–Ламберта–Бера. Дайте определение оптической плотности, коэффициента пропускания, молярного коэффициента светопоглощения.
5. В чем состоит принцип работы приборов для измерения оптической плотности?
6. Как проводится подготовка проб питьевых вод к фотометрическому определению железа?

2.3. Атомно-эмиссионный анализ. Фотометрия пламени.

Метод фотометрии пламени является разновидностью метода атомно-эмиссионной спектроскопии и заключается в измерении интенсивности света, испускаемого атомами определяемого элемента после распыления раствора пробы в пламя, которое создается при горении двухкомпонентных газовых смесей (например, пропан – воздух, ацетилен – воздух, пары бензина – воздух). Этот метод используется для определения элементного состава проб различных пищевых продуктов, особенно часто анализируют минеральные воды и молочные продукты на содержание ионов щелочных и щелочноземельных металлов.

Основные процессы, протекающие в пламени, таковы: после распыления раствора пробы происходит испарение растворителя с образованием аэрозоля пробы, далее – распад твердых частиц на свободные атомы, которые под воздействием термической энергии пламени переходят в возбужденное состояние и излучают свет, обладающий определённой длиной волны. Интенсивность света регистрируется приемником – фотоэлементом и линейно связана с концентрацией определяемого элемента в растворе.

Фотометр фотоэлектрический пламенный ПФМ. Этот прибор предназначен для количественного анализа элементов методом пламенной эмиссионной спектроскопии. В качестве горючего газа используются ацетилен, пропан-бутан в баллонах, бензиновый или природный газ. В комплект прибора входят интерференционные светофильтры для определения Li, Na, K, Ca. Также могут быть поставлены светофильтры, позволяющие определять Sr, Rb, Cs, Ba, V, Cr, Mn и Mg.

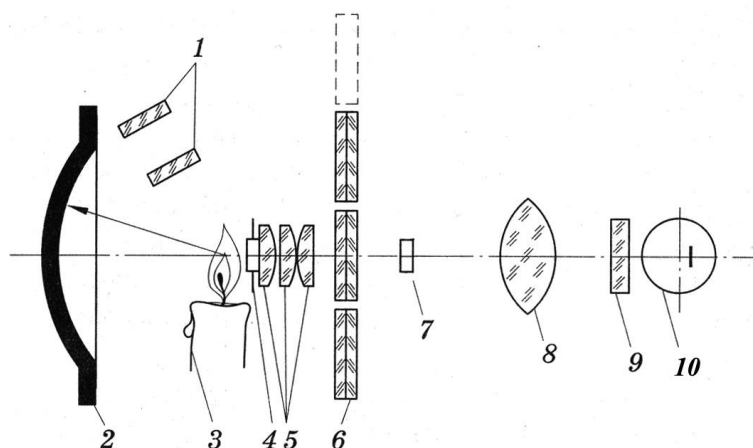


Рис. 7. Оптическая схема пламенного фотометра ПФМ: 1 – защитное стекло смотрового окна; 2 – рефлектор; 3 – горелка; 4 – диафрагма; 5 – конденсор; 6 – светофильтр; 7 – ирисовая диафрагма; 8 – линза; 9 – защитное стекло перед фотоэлементом; 10 – фотоэлемент.

Приемником излучения является мультищелочной фотоэлемент Ф-9, измерительным прибором – микроамперметр М-907. Оптическая схема пламенного фотометра ПФМ приведена на рис. 7.

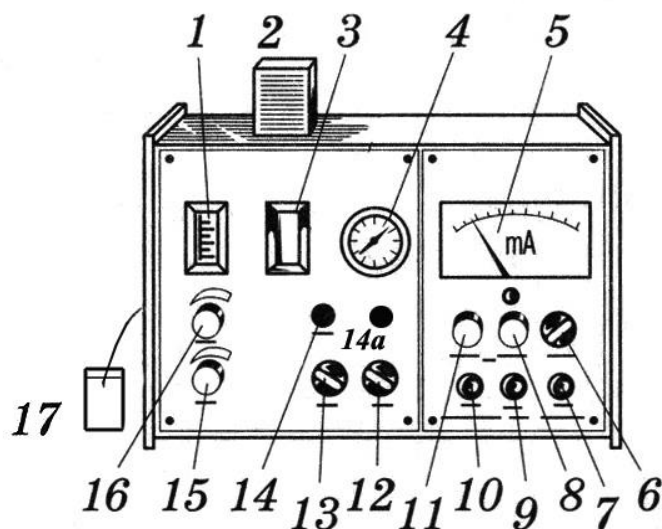


Рис. 8. Пламенный фотометр ПФМ

1 – ротаметр для измерения расхода газа; 2 – вентиляционное устройство; 3 – смотровое окно; 4 – манометр; 5 – микроамперметр; 6 – ручка чувствительности; 7 – окно сигнальной лампы; 8, 11 – ручки потенциометров «грубо» и «точно»; 9, 10 – тумблеры включения прибора и компрессора; 12 – ручка переключения светофильтров; 13 – ручка перекрытия светового пучка; 14 – кнопка поджигания пламени горелки; 14а – ирисовая диафрагма; 15 – ручка

ка регулятора давления воздуха; 16 – ручка регулятора расхода газа; 17 – трубочка распылителя для ввода пробы.

Для подготовки к работе фотометра ПФМ выполняют следующие действия.

1. С помощью штепсельной вилки подсоединяют фотометр к электрической сети. Включают тумблер 9 (рис. 8) и прогревают электросхему в течение 15 мин.

2. Ручку «диафрагма» 13 устанавливают в положение, соответствующее полному перекрытию светового потока, ручку 6 – в положение «1000» (минимальная чувствительность фотометра) и ручками «грубо» 8 и «точно» 11 устанавливают стрелку микроамперметра на нуль.

3. В присутствии преподавателя выполняют следующие операции:

а) открывают кран на генераторе бензинового газа,

б) открывают на 1 оборот (360°) регулятор на генераторе бензинового газа,

в) проверяют положение регулятора давления воздуха на фотометре (позиция 15 на рис. 8), он должен находиться в крайнем положении при вращении по часовой стрелке,

г) открывают регулятор газа. Помещают стаканчик с дистиллированной водой, опускают в него полихлорвиниловую трубочку распылителя 17, тумблером 10 включают компрессор и одновременно нажимают кнопку поджига пламени.

Выполнение измерений:

1. Ирисовую диафрагму 14а устанавливают в положение 60-70.

2. Ручкой 12 устанавливают необходимый светофильтр («Na»).

3. Постоянную диафрагму устанавливают в положение 1. При измерении серии растворов ирисовую и постоянную диафрагмы выбирают так, чтобы показания прибора для всей серии растворов укладывались в пределы шкалы микроамперметра без переключения чувствительности.

4. При распылении дистиллированной воды выставляют стрелку микроамперметра на нуль.

5. Переносят трубочку распылителя в наиболее концентрированный раствор и через 15 секунд с помощью регулятора чувствительности и диафрагм выставляют стрелку микроамперметра на 100 делений.

6. Переносят трубочку распылителя в дистиллированную воду и через 30 секунд проверяют, не отклонилась ли стрелка микроамперметра от нулевого положения. Если отклонилась, то потенциометром «точно» снова устанавливают ее на нуль.

8. Поочередно вводят в пламя стандартные растворы, начиная с наиболее разбавленного, и каждый раз считывают показания микроамперметра. Перед фотометрированием очередного раствора промывают систему дистиллированной водой, проверяя каждый раз, не изменилось ли нулевое положение стрелки микроамперметра. Если стрелка отклонилась от нулевого положения, ручками 8 и 11 ее снова устанавливают на нуль.

9. Во время измерений расход газа и давление воздуха должны быть постоянными.

10. По окончании работы закрывают вентиль подачи газа сначала на баллоне, а затем на редукторе. Промывают горелку дистиллированной водой через распылитель. Отключают компрессор и выключают питание фотометра.

Лабораторная работа № 9

«Пламенно-фотометрическое определение натрия в минеральных водах методом градуировочного графика»

Метод фотометрии пламени позволяет быстро и с высокой точностью проводить анализ вод различных типов на содержание ионов металлов, которые обуславливают их природную минерализацию (Na, K, Mg, Ca). Определение натрия основано на измерении интенсивности излучения атомов натрия в пламени горелки по линии испускания 589 нм и вычислении концентрации методом калибровочного графика.

Реактивы. Хлорид натрия NaCl (х.ч.), дистиллированная вода.

Посуда. Колбы мерные (100 и 200 см³). Стаканы (20–50 см³). Пипетки градуированные (1, 5, и 20 см³).

Аппаратура. Пламенный фотометр ПФМ.

Ход анализа. Стандартные растворы, содержащие 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мкг/см³ хлорида натрия, готовят разбавлением стандартного раствора с концентрацией 500 мкг/см³. Для этого помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ исходного стандартного раствора в

мерные колбы на 100 см³ доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Аликвотную часть пробы минеральной воды (либо контрольный раствор, полученный от преподавателя) доводят до метки дистиллированной водой в колбе на 200 см³.

Приготовленные растворы наливают в полиэтиленовые стаканы и распыляют в пламени горелки, записывая отклонения стрелки микроамперметра. Перед определением устанавливают соответствующий светофильтр. При переходе от одного раствора к другому систему промывают, опуская всасывающий капилляр в стакан с дистиллированной водой. Так же фотометрируют анализируемую пробу (контрольный раствор). Данные заносят в таблицу:

Номер раствора	1	2	3	4	5	Проба
$c(\text{NaCl})$ в стандартном растворе (мкг/см ³)						
Отсчеты по микроамперметру фотометра, I , дел.						

По полученным данным строят график в координатах $I - c$. По калибровочному графику находят концентрацию ионов натрия в пробе. Сопоставляют результат анализа с данными, приведенными на этикетке.

Контрольные вопросы:

1. Какие элементы определяют методом фотометрии пламени?
2. Укажите основные узлы пламенного фотометра и их назначение.
3. Как осуществляется ввод пробы в пламя фотометра?
4. Можно ли установить методом фотометрии пламени в состав какого химического соединения входит определяемый элемент?
5. Какие процессы происходят при распылении раствора пробы в пламя?
6. Какие условия следует соблюдать для получения воспроизводимых результатов данным методом?

Литература

1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: в 2 т / Под ред. Р. Кельнер, Ж. Мерме, М. Отто [и др]. – М.: Мир, 2004. – 1300 с.
2. Основы аналитической химии. Практическое руководство: учеб. пособие для вузов / В. И. Фадеева, Т. Н. Шеховцева, В. М. Иванов [и др.]; под ред. Ю. А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2001. – 463 с.
3. Коренман, Я. И. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов: учеб. пособие / Я. И. Коренман, Р. П. Лисицкая. – Воронеж. гос. технол. акад. – Воронеж, 2002. – 480 с.
4. Основы аналитической химии: в 2 кн. Кн.1: Общие вопросы. Методы разделения: учебник для вузов / Ю. А. Золотов, Е. Н. Дорохова, В. И. Фадеева [и др.]; под ред. Ю. А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2004. – 361 с.; Кн. 2: Методы химического анализа. – М.: Высш. шк., 2004. – 503 с.
5. Васильев, В. П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1: Титриметрические и гравиметрический методы анализа: учеб. для студ. вузов / В. П. Васильев. – М.: Дрофа, 2002. – 368 с.
6. Васильев, В. П. Аналитическая химия: лабораторный практикум / В. П. Васильев, Р. П. Морозова, Л. А. Кочергина. – М.: Дрофа, 2004. – 416 с.
7. Харитонов, Ю. А. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн.2: Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высш. шк., 2003. – 559 с.
8. ГОСТ 24066-80 «Молоко. Метод определения аммиака» [Электронный ресурс]: открытая база ГОСТов. URL: <http://standartgost.ru> (дата обращения 09.12.2014).
9. ГОСТ 3624-92 «Молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности» [Электронный ресурс]: открытая база ГОСТов. URL: <http://standartgost.ru> (дата обращения 09.12.2014).
10. ГОСТ 24067-80 «Молоко. Метод определения перекиси водорода» [Электронный ресурс]: открытая база ГОСТов. URL: <http://standartgost.ru> (дата обращения 09.12.2014).
11. Касторных, М.С. Товароведение и экспертиза пищевых жиров, молока и молочных продуктов/ М.С. Касторных, В.А. Кузьмина. – М.: «Академия», 2003. – 286 с.

12. ГОСТ 4011-72 «Вода питьевая. Методы измерения концентрации общего железа» [Электронный ресурс]: открытая база ГОСТов. URL: <http://standartgost.ru> (дата обращения 09.12.2014).
13. ГОСТ 8558.1-78 «Продукты мясные. Методы определения нитрита» [Электронный ресурс]: открытая база ГОСТов. URL: <http://standartgost.ru> (дата обращения 09.12.2014).
14. ГОСТ 29301-92 (ИСО 5554-78) «Продукты мясные метод определения крахмала [Электронный ресурс]: открытая база ГОСТов. URL: <http://standartgost.ru> (дата обращения 09.12.2014).

Учебное текстовое электронное издание

Наталья Владимировна Иванова

Ольга Николаевна Булгакова

Елена Александровна Баннова

АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Методические указания к выполнению лабораторных работ

Текстовое (символьное) электронное издание

(тексто-графические учебные материалы)

Редактор:

Подписано к использованию _____.2015

Объем 750 Кб

Кемеровский государственный университет

650043, г. Кемерово, ул. Красная, 6