

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ХІМІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ**

О.Ю. Сухарева, Я.Р. Базель, С.М. Сухарев

**ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ
з курсу “АНАЛІЗ ПРИРОДНИХ ОБ’ЄКТІВ І
ПРОДУКТІВ ХАРЧУВАННЯ”**

Частина 1

Ужгород – 2005

Методичні вказівки доповнюють теоретичне навчання студентів і у відповідності з програмою курсу “Аналіз природних об’єктів і продуктів харчування”, містять опис лабораторних робіт по фізико-хімічним, хімічним та радіометричним методам аналізу природних об’єктів та продуктів харчування. Методичні вказівки містять матеріали для самостійної роботи студентів, варіанти програмного контролю знань.

Пропоновані Методичні вказівки до лабораторних робіт будуть корисним при вивченні навчальних дисциплін “Методи вимірювання параметрів навколишнього середовища”, “Моніторинг об’єктів довкілля”, “Аналіз промислових об’єктів”, тощо.

Методичні вказівки до лабораторних робіт з курсу “Аналіз природних об’єктів і продуктів харчування” розраховані на студентів хімічного факультету спеціальностей 6.070300 – “Хімія” та 6.070800 – “Екологія та охорона навколишнього середовища”.

Рекомендовано

Методичною комісією та Радою хімічного факультету УжНУ

Автори:

Сухарева Оксана Юрївна, к.х.н., викладач кафедри аналітичної хімії;

Базель Ярослав Рудольфович, д.х.н., професор, завідувач кафедрою аналітичної хімії;

Сухарев Сергій Миколайович, к.х.н., доцент кафедри екології та охорони навколишнього середовища.

Рецензенти:

Балог Йосип Степанович, д.х.н., професор по кафедрі аналітичної хімії;

Чундак Степан Юрійович, д.х.н., професор, завідувач кафедрою екології та охорони навколишнього середовища.

Лабораторні роботи з курсу “Аналіз природних об’єктів і продуктів харчування”. Частина 1. – Ужгород, Ужгородський національний університет, 2005. – 50 с. Наклад 100 примірників.

I. ФОТОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Речовини, які поглинають випромінювання у видимій частині спектру (довжина хвилі 400-760 нм), характеризуються власним забарвленням. Фотометричні методи аналізу базуються на вимірюванні інтенсивності світлового потоку, який проходить через речовину або її розчин. В більшості випадків в залежності від довжини хвилі та ширини смуги виділяють такі фотометричні методи:

- фотоелектроколориметрія – метод, заснований на вимірюванні інтенсивності поліхроматичного світла у видимій області спектра (з використанням світлофільтрів);

- спектрофотометрія – метод з використанням монохроматичного світла як у видимій, так і в ультрафіолетовій та інфрачервоній області спектра.

Фотоелектроколориметрія і спектрофотометрія – об'єктивні методи аналізу, оцінка інтенсивності світлових потоків проводиться за допомогою фотоелементів.

В фотометричних методах основним законом світлопоглинання є об'єднаний закон Бугера-Ламберта-Бера, математичний вираз якого наведено нижче:

$$A = \lg \frac{I_0}{I_t} = \varepsilon \times l \times c,$$

де A – оптична густина (світлопоглинання); I_0 – інтенсивність вихідного (падаючого) світла, $\text{Вт} \times \text{с}^{-1} \times \text{см}^{-1}$; I_t – інтенсивність світлового потоку, яке пройшло через поглинаюче середовище, $\text{Вт} \times \text{с}^{-1} \times \text{см}^{-1}$; ε - молярний коефіцієнт світлопоглинання; l – товщина поглинаючого шару, см; c – молярна концентрація розчиненої поглинаючої речовини.

Згідно закону Бугера-Ламберта-Бера, оптична густина розчину прямо пропорційна концентрації поглинаючої речовини, товщині шару і молярному коефіцієнту світлопоглинання.

Найбільш правильні розрахунки одержують при значенні оптичної густини близько 0,4. Якщо оптична густина більше ніж 0,8, то необхідно використовувати кювети з меншою товщиною поглинаючого шару, а при оптичній густині 0,1 і менше, необхідно використовувати кювети з більшою товщиною.

Основними типовими завдання, які вирішуються фотометричними методами є наступні:

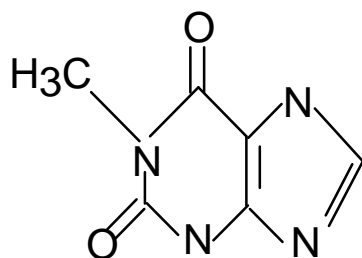
- визначення, яке базується на власному забарвленні речовин;
- визначення, які базуються на утворенні інтенсивно забарвлених продуктів при додаванні відповідного реактиву до безбарвного розчину визначуваного компонента або при хімічному перетворенні (окиснення, відновлення) визначуваної речовини;

- визначення, які базуються на вимірюванні інтенсивності забарвлення надлишку забарвленого реактиву.

Лабораторна робота № 1. Визначення кофеїну в каві натуральній.

В основі роботи покладено ГОСТ 6805-97 «Кофе натуральный жареный. Общие технические условия». В основі методу покладено гідролітичне окиснення кофеїну до тетраметилпурпурової кислоти (ТМПК) з наступним фотометричним вимірюванням інтенсивності забарвлення її розчину. Метод використовують при вмісті кофеїну в розчині від 10 мкг/см³ до 30 мкг/см³.

Структурна формула кофеїну наведено нижче:



Кофеїн.

1. Приготування розчинів.

1.1. Розчин хлороводневої кислоти концентрацією 3 моль/дм³.

248 см³ хлороводневої кислоти густиною 1,19 кг/дм³ переносять в мірну колбу на 1000 см³, доводять об'єм до мітки дистильованою водою і перемішують.

1.2. Розчин пероксиду гідрогену масовою концентрацією 150 г/дм³.

Готується шляхом розведення вихідного розчину (300 г/дм³) дистильованою водою у співвідношенні 1:1. Розчин використовують свіжоприготовлений.

1.3. Розчин калію гідроксиду концентрацією 150 г/дм³.

Готується шляхом розчинення 150 г калію гідроксиду в 1 дм³ дистильованої води.

2. Підготовка до аналізу.

Наважку меленої кави вагою 2,00 г переносять в стакан, заливають 100 см³ киплячої дистильованої води і кип'ячать протягом 5 хвилин. Одержану суспензію охолоджують до 18-20°C, кількісно переносять в мірну колбу на 100 см³ і доливають дистильованою водою до мітки. Вміст колби струшують і відстоюють 2-3 хвилини, після чого фільтрують. Одержаний фільтрат використовують для аналізу.

3. Проведення аналізу.

В ділильну лійку на 25 см³ послідовно додають 10-15 см³ хлороформу, 2 см³ фільтрату і 0,5 см³ розчину калію гідроксиду. Закривають лійку притертим корком і проводять екстракцію протягом 1 хвилини. Після розшарування фаз

нижній хлороформний шар обережно переносять у випарювальну чашку. Хлороформ відганяють на водяній бані до суха.

До сухого залишку, який містить кофеїн, приливають послідовно 1,0 см³ розчину хлороводневої кислоти, змиваючи залишок на дні чашки, і 0,2 см³ розчину пероксиду гідрогену. Вміст чашки перемішують обертальними рухами, витримують 20 хвилин при кімнатній температурі, після чого нагрівають на киплячій водяній бані до одержання сухого забарвленого залишку ТМПК.

Для приготування водного розчину ТМПК до сухого залишку, який охолоджений до кімнатної температури, в чашку приливають 5-10 см³ дистильованої води і залишають до повного розчинення. Одержаний розчин пурпурного кольору кількісно переносять в мірну колбу на 25 см³ і доводять до об'єму дистильованою водою.

Оптичну густина одержаного розчину визначають на фотоелектроколориметрі при довжині хвилі 540 нм в кюветах з товщиною поглинаючого шару 3 см відносно дистильованої води. Оптична густина досліджуваного розчину не змінюється протягом 20 хвилин.

4. Обробка результатів аналізу.

Масову частку кофеїну X (%), в перерахунку на суху речовину розраховують за формулою:

$$X = \frac{1,03 \times c \times V_{\phi} \times V \times 100 \times 100}{10^6 \times V_e \times m \times (100 - W)}, \text{ де}$$

1,03 – коефіцієнт, який враховує повноту вилучення кофеїну хлороформом на першому етапі екстракції; $c = 60 \times A$ – концентрація кофеїну у розчині, мкг/см³; 60 – коефіцієнт пропорційної залежності оптичної густини розчину кофеїну від його концентрації у розчині; A – оптична густина аналізованого розчину ТМПК; $V_{\phi} = 25$ – об'єм фотометрованого розчину ТМПК, який одержаний в результаті гідролітичного окиснення кофеїну, см³; $V = 100$ – об'єм розчину кави для аналізу, см³; 10^6 – коефіцієнт перерахунку 1 мкг в 1 г; V_e – об'єм розчину кави, який використаний для екстракції, см³; m – маса наважки кави, г; W – масова частка вологи в аналізованій каві, %.

Згідно ГОСТ 6805-97, вміст кофеїну в каві (в зерні, меленій, “поторецьки”) повинен бути не менше 0,7 %, а в каві меленій з цикорієм – не менше 0,6%.

5. Допустима похибка аналізу.

За кінцевий результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допустима абсолютна розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,1% при довірливій імовірності $P=0,95$.

Розрахунок проводять до другого знаку з наступним округленням до першого.

Розбіжність між результатами визначень, які проведені в двох незалежних лабораторіях, не повинна перевищувати 0,2% при довірливій імовірності $P=0,95$.

Лабораторна робота № 2. Визначення діастазного числа в меді натуральному.

В основі лабораторної роботи покладено ГОСТ 19792-87 “Мед натуральний. Технические условия”. Метод базується на колориметричному визначенні кількості субстрату, який розщеплений в умовах проведення ферментативної реакції з наступним вирахуванням діастазного числа.

Діастазне число характеризує активність амілолітичних ферментів меду.

Діастазне число виражають кількістю см^3 розчину крохмалю масової частки 1%, яка розкладається за 1 год. амілолітичними ферментами, що містяться в 1г безводної речовини меду. 1 см^3 розчину крохмалю відповідає 1 одиниці активності.

1. Підготовка до аналізу та приготування розчинів.

1.1. Приготування ацетатного буферного розчину.

Ацетатний буферний розчин концентрацією 0,2 моль/ дм^3 з рН = 5,0 готують, змішуючи одну об’ємну частину розчину ацетатної кислоти і три об’ємні частини розчину натрію ацетату. В отриманому буферному розчині розчиняють 2,4-динітрофенол з таким розрахунком, щоб його концентрація в комбінованому реактиві складала 0,05 %. Перевіряють рН розчину потенціометрично і у випадку відхилень від рН 5,0 його корегують, додаванням розчину натрію ацетату концентрацією 0,2 моль/ дм^3 .

1.2. Приготування комбінованого реактиву.

Комбінований реактив готують з восьми об’ємних частин розчину крохмалю (0,25% водний розчин), п’яти об’ємних частин буферного розчину з 2,4-динітрофенолом і однією об’ємною частиною розчину натрію хлориду (0,1 моль/ дм^3).

При приготуванні комбінованого реактиву в кількості рівній або більшій 1 дм^3 об’єм відповідних розчинів відмірюють з похибкою не більше 0,5 см^3 .

Отриману суміш добре струшують. Реактиви зберігають при кімнатній температурі не більше 3 місяців.

1.3. Приготування розчину меду.

5 г меду, зваженого з похибкою не більше 0,01 г, розчиняють в дистильованій воді в мірній колбі на 50 см^3 . 1 см^3 такого розчину містить 0,1 г меду.

1.4. Приготування розчину крохмалю.

0,25 г крохмалю, зваженого з похибкою не більше 0,001 г, розмішують в стаканчику на 50 см^3 з 10–20 см^3 дистильованої води і кількісно переносять в конічну колбу, де не сильно кипить 80–90 см^3 дистильованої води. Кипіння продовжують 2–3 хвилини. Колбу охолоджують до 20°C, вміст її кількісно переносять в мірну колбу (на 100 см^3) і доводять до мітки водою.

2. Проведення випробування.

В суху пробірку відмірюють з бюретки $14,0 \text{ см}^3$ комбінованого реактиву. Пробірку закривають гумовим корком і поміщають на 10 хвилин у водяну баню при $t^\circ 40^\circ\text{C}$. Тоді в пробірку додають піпеткою $1,0 \text{ см}^3$ розчину меду. Вміст пробірки перемішують п'ятикратним перевертанням, і знову її поміщають на водяну баню, одночасно включаючи секундомір. Пробірку витримують на водяній бані протягом 15 хвилин при $t^\circ 40^\circ\text{C}$.

Піпеткою відбирають $2,0 \text{ см}^3$ реакційної суміші, вносять при перемішуванні в мірну колбу на 50 см^3 , що містить 40 см^3 води і 1 см^3 розчину йоду ($0,25 \text{ моль/дм}^3$), які мають температуру 20°C . Розчин доводять водою до мітки. Колбу закривають корком, вміст добре перемішують і витримують на водяній бані при 20°C протягом 10 хвилин.

Одночасно проводять контрольний дослід, замінюючи розчин меду дистильованою водою.

Оптичну густину вимірюють на фотоелектроколориметрі проти води, при світлофільтрі з $\lambda=582$ або $\lambda=590$ нм, використовуючи кювету з робочою відстанню 10 мм. Колориметруючи розчини, визначають значення оптичної густини досліджуваного розчину ($A_{\text{досл}}$) і контрольного дослідження ($A_{\text{к}}$), з точністю відрахунку 0,001.

3. Обробка результатів.

Діастазне число меду (X) в перерахунку на 1 г безводної речовини обраховують за формулою:

$$X = \frac{(A_{\text{к}} - A_{\text{досл}}) \times 100 \times 80}{A_{\text{к}}(100 - W)}; \text{ де:}$$

$A_{\text{к}}$ – оптична густина розчину, визначена в контрольному досліді;

$A_{\text{досл}}$ – оптична густина досліджуваного розчину;

80 – коефіцієнт перерахунку;

W – масова частка води в меді, %.

За кінцевий результат випробувань приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень. Допустима розбіжність між результатами паралельних визначень не повинна перевищувати 0,5 одиниць Готе в інтервалі величин менше 10 одиниць.

Для зручності оцінювання результатів дослідження, наводимо норми діастазного числа (для безводної речовини) в одиницях Готе:

- мед всіх видів, крім меду з акації та бавовни – не менше 7;
- мед з білої акації – не менше 5;
- мед з бавовни – не менше 7.

Лабораторна робота № 3. Фотометричні методи визначення шкідливих домішок в горілках.

В основі лабораторної роботи покладено ГОСТ 5363-93 “Водка. Правила приемки и методы испытаний”.

Методи визначення м.ч. альдегідів, сивушних масел, метилового спирту і складних ефірів у горілках ґрунтуються на фотоколориметричному вимірюванні інтенсивності забарвлень, що утворюються в результаті реакцій вказаних домішок із специфічними реактивами. По інтенсивності забарвлення роблять висновок про масову концентрацію вказаних домішок.

Методи визначення масової частки концентрації альдегідів.

Метод ґрунтується на фотоколориметричному вимірюванні оптичної густини визначуваного розчину після реакції присутніх у горілці альдегідів з пірогалолом А в сульфатнокислому середовищі.

1. Підготовка до аналізу.

1.1. Водно-етанольна суміш (отримана шляхом прямого перегону горілок) ~ (40±0,2%). Одержання водно-етанольної суміші необхідно для усунення впливу цукру, меду або інших інгредієнтів, які можуть бути присутні в горілці.

1.2. Приготування водного розчину пірогалолу А з масовою часткою 0,1%.

Наважку пірогалолу А масою (0,1±0,005 г) розчиняють при перемішуванні в дистильованій воді у мірній колбі на 100см³ на киплячій водяній бані, охолоджують до температури 20°C, доводять об'єм отриманого розчину до мітки дистильованою водою і перемішують. В разі необхідності розчин фільтрують.

Розчин пірогалолу А використовують свіжоприготовлений.

2. Проведення аналізу.

В градуйовану пробірку з притертим корком додають 2,0 см³ концентрованої сульфатної кислоти, тоді обережно по стінці пробірки приливають 5,0 см³ досліджуваної горілки (водно-етанольна суміш) і 1,5 см³ водного розчину пірогалолу А, закривають корком, зміст перемішують і витримують в киплячій водяній бані протягом 5 хвилин. Тоді пробірку поміщають в проточну холодну воду і охолоджують до кімнатної температури.

В результаті проведення реакції утворюється комплексна сполука світло-жовтого кольору, інтенсивність забарвлення якої вимірюють на фотоелектроколориметрі в кюветах з товщиною поглинаючого шару 10 мм при світлофільтрі з довжиною хвилі 440 нм в порівнянні з дистильованою водою.

3. Обробка результатів.

Отримані після фоториметрування результати не повинні перевищувати гранично допустимих значення оптичних густин, встановлених для кожного виду горілок зазначених у табл.1:

Таблиця 1

Назва горілки	м.ч. альдегідів у перерахунку на ацетатний в 1 дм ³ спирту, мг	Гранично допустимі значення оптичних густин, не більше
Горілки виготовлені із спирту “Люкс”	2	0,160
Горілки виготовлені із спирту “Екстра”	3	0,210
Горілки виготовлені із спирту “Вищої очистки”	8	0,450
Горілка “Посольська”	6	0,230

Перевищення вказаних меж оптичних густин свідчить про наявність поверх нормативної кількості альдегідів.

Масову частку альдегідів у досліджуваних горілках розраховують за формулою:

$$C_{ал.} = 21,21 \times A - 1,30 \text{ (мг/дм}^3 \text{ безводного спирту), де:}$$

21,21 і 1,30 – сталі коефіцієнти, одержані експериментально, A – оптична густина.

За кінцевий результат вимірювань приймають середнє арифметичне результатів 2-х паралельних вимірювань. Розходження між вимірами і середнім арифметичним значенням не повинно перевищувати 5,0 % (відносних).

В деяких випадках (при арбітражних дослідженнях) одержане значення оптичної густини досліджуваної горілки порівнюють із значенням оптичної густини стандартного розчину альдегідів, який випробуваний в аналогічних умовах. Стандартні типові розчини готуються Українським науково-дослідним інститутом спирту та біотехнології харчових продуктів (м.Київ).

Метод визначення масової концентрації складних ефірів в горілках.

Метод базується на фотоколориметричному вимірюванні інтенсивності забарвлення, отриманого після взаємодії феруму(III) хлориду з гідроксамовою кислотою, яка утворюється в результаті взаємодії складних ефірів горілки з гідроксиламіном в лужному середовищі.

1. Підготовка до аналізу.

1.1. Водно-етанольна суміш (отримана шляхом прямого перегону горілок) ~ (40±0,2%). Одержання водно-етанольної суміші необхідно для усунення впливу цукру, меду або інших інгредієнтів, які можуть бути присутні в горілці.

1.2. Гідроксиламін солянокислий, 2 моль/дм³.

1.3 FeCl₃×6H₂O, 0,37 моль/дм³.

1.4. HCl, 4 моль/дм³.

1.5. NaOH, 3,5 моль/дм³.

2. Приготування розчину реакційної суміші.

Безпосередньо перед аналізом готують розчин реакційної суміші шляхом змішування рівних об'ємів розчинів гідроксиламіну і натрію гідроксиду враховуючи, що на проведення аналізу одного зразка досліджуваної горілки витрачається 24 см³ суміші. Отриманий розчин перемішують і використовують для аналізу не більш як протягом 6 годин.

3. Проведення аналізу.

Для проведення аналізу необхідно приготувати досліджувані розчини А і Б. Для цього в дві конічні колби вносять по 6 см³ реакційної суміші. Після цього в одну з колб (розчин Б) приливають 3 см³ розчину HCl і перемішують протягом 1 хвилини. Вміст колби без HCl – розчин А.

В обидві колби додають по 18 см³ досліджуваної горілки, одночасно перемішуючи круговими рухами протягом 2 хвилин.

В колбу з розчином А додають 3 см³ розчину HCl і перемішують протягом хвилини.

В обидві колби додають по 3 см³ розчину феруму(III) хлориду і одночасно перемішують вміст колб протягом хвилини.

Інтенсивність утвореного забарвлення досліджуваного розчину А вимірюють в порівнянні з розчином Б на фотоелектроколориметрі при довжині хвилі $\lambda=540$ нм в кюветах з товщиною поглинаючого шару 50 мм.

Масову концентрацію складних ефірів в горілці, що містить цукри з вільним глюкозидним гідроксилом (глюкоза, лактоза і т.д.), визначають тільки в дистилаті після попередньої її відгонки.

3. Обробка результатів.

Отримані значення оптичної густини використовують для визначення кількості складних ефірів в горілці.

Масову концентрацію складних ефірів C_{ef} в горілці, мг/дм³ безводного спирту розраховують за формулою:

$$C_{ef} = \frac{A \times 100}{0,0256 \times c}, \text{ де}$$

A – оптична густина; 0,0256 – постійний коефіцієнт, отриманий експериментально; c – міцність горілки, %.

Як кінцевий результат виміру приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірів. Розбіжність між кожним виміром і середнім арифметичним значенням не повинна перевищувати 5% середнього значення ($P = 0,95$)

Згідно ГОСТ № 12712-90 вміст складних ефірів в горілках (в мг/дм³) не повинен перевищувати таких значень:

для горілок, що виготовлені із спирту “Люкс” – 18 мг/дм³

для горілок, що виготовлені із спирту “Екстра” – 25 мг/дм³

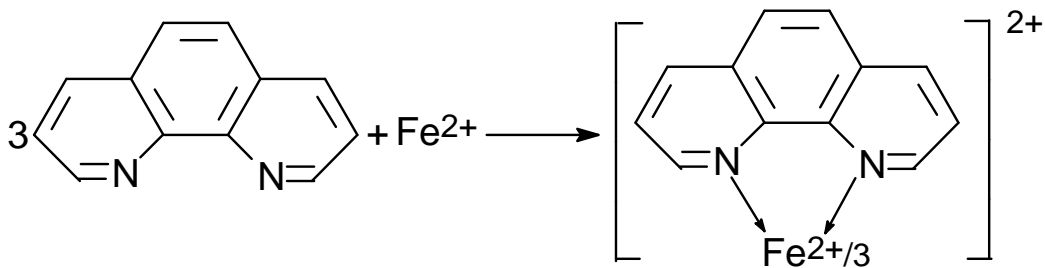
для горілок, що виготовлені із спирту “Вищої очистки” – 30 мг/дм³

Лабораторна робота № 3. Фотометричне визначення вмісту феруму в білих винах.

В основу лабораторної роботи покладено ГОСТ 26928-86 “Сырье и продукты пищевые. Методы определения железа”.

Метод базується на вимірюванні інтенсивності забарвлення розчину комплексної сполуки двохвалентного феруму з 1,10-фенантроліном оранжево-червоного кольору.

Хімізм реакції можна представити таким рівнянням:



1. Підготовка до аналізу та приготування розчинів.

1.1. Приготування основного стандартного розчину феруму(II) із солі Мора з масовою концентрацією 1 г/дм³ (Згідно ГОСТ 4212-86).

1.2. Приготування хлороводневокислого розчину гідроксиламіну гідрохлориду.

10,0 г гідроксиламіну гідрохлориду, зваженого з точністю до 0,01 г, розчиняють в 300-400 см³ дистильованої води, додають 170 см³ хлороводневої кислоти і доводять об'єм до 1,0 дм³ дистильованою водою.

1.3. Приготування розчину 1,10-фенантроліну.

0,25 г 1,10-фенантроліну, який зважений з похибкою не більше 0,001 г, переносять з 20-30 см³ дистильованої води в мірну колбу на 100 см³, додають 20 см³ етилового спирту і після розчинення реагенту об'єм доводять дистильованою водою до мітки.

1.4. Підготовка проби. Білі вина мінералізації не піддають, а безпосередньо використовують для дослідження.

2. Побудова градуювального графіка.

2.1. Приготування розчину порівняння.

10,0 см³ основного стандартного розчину феруму переносять в мірну колбу на 500 см³ і об'єм доводять до мітки розчином сульфатної кислоти (0,01 моль/дм³).

2.2. Побудова градуювального графіку.

При випробуванні виноробної продукції (і пива) у мірні колби (на 50 см³) додають 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ розчину феруму, одержаного за п.2.1., що відповідає 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120 мкг Fe, 10,0 см³ хлороводневокислого розчину гідроксиламіну гідрохлориду і 1,0 см³ розчину 1,10-фенантроліну, залишають на 15 хвилин, після чого додають 10,0 см³ розчину натрію ацетату

(180 г/дм³), об'єм доводять до мітки водою і вимірюють оптичну густину розчинів при довжині хвилі 490±10 нм в кюветах з товщиною поглинаючого шару 20 мм по відношенню до контрольного розчину. Контрольний розчин готують аналогічно розчинам порівняння, але без додавання розчину феруму.

За одержаними даними будують градувальний графік, відкладаючи по осі абсцис вміст феруму в мкг, який введений у розчин порівняння, а по осі ординат – відповідні їм значення оптичної густини.

3. Проведення випробувань.

При випробуванні білих вин, виноматеріалів (і пива), в мірну колбу на 50 см³ вносять, в залежності від масової концентрації феруму, 15-20 см³ попередньо відфільтрованого напою, а потім всі розчини в тій же послідовності як вказано в п. 2.2).

Оптичну густину досліджуваного розчину вимірюють по відношенню до контрольного розчину. Для приготування контрольного розчину в мірну колбу на 50 см³ вносять такий же об'єм досліджуваного напою, 10,0 см³ хлороводневокислого розчину гідроксиламіну гідрохлориду, через 15 хвилин 10,0 см³ розчину натрію ацетату і об'єм доводять водою до мітки.

4. Обробка результатів аналізу.

Масову частку феруму у виноробній продукції (і пиві) (X) в мг/дм³ вираховують за формулою:

$$X = \frac{m_z}{V_3}, \text{ де:}$$

m_z – вміст феруму, який знайдений за градувальним графіком, мкг;
 V_3 – об'єм напою, який взятий для дослідження, см³.

Розрахунки проводять до першого десяткового знаку. За кінцевий результат випробувань приймають середнє арифметичне результатів (X) двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати 20% по відношенню до середнього арифметичного при $P=0,95$.

Межі можливих значень систематичної складової похибки вимірювань масової частки феруму будь-якої проби при допустимих методикою змінах впливаючих факторів $\pm 0,05 X$.

Для виноробної продукції згідно ГОСТ 13918-88 “Советское шампанское. Технические условия”, ГСТУ 202.002-96 “Вина тихі. Загальні технічні умови”, ГСТУ 202.001-96 “Виноматеріали оброблені Загальні технічні умови”, ГСТУ 202.003-96 “Вермути. Технічні умови” вміст феруму повинен бути в межах 3,0-10,0 мг/дм³. В плодово-ягідних винах вміст феруму допускається до 15,0 мг/дм³.

Варіант 5.

1. Закінчіть визначення: оптична густина – це ...

- ... $\lg I_t/I_0$;
- ... $\lg I/T$;
- ... $\varepsilon \times \ell$;
- ... $\lg I_0/I_t$.

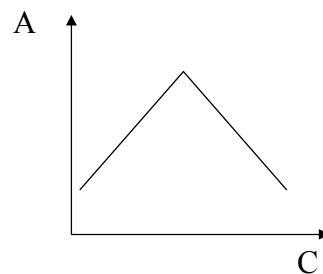
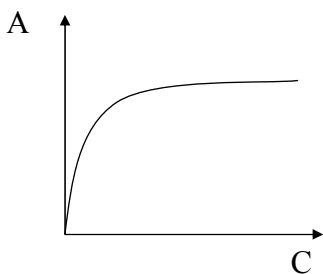
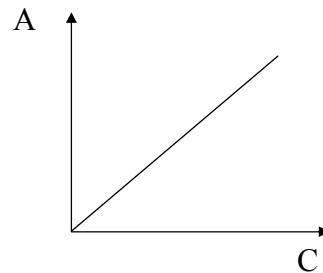
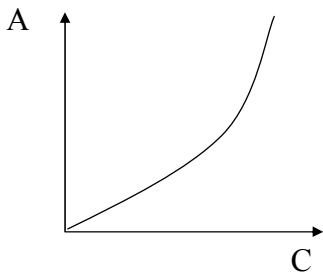
2. Розрахуйте молярну концентрацію розчину комплексної сполуки алюмінію з алюміноном ($\varepsilon = 1,7 \times 10^4$), оптична густина якого складає 0,62 ($\ell = 0,5$ см):

- $7,3 \times 10^{-4}$;
- $7,3 \times 10^{-5}$;
- $7,5 \times 10^{-5}$;
- $7,3 \times 10^{-3}$.

3. Яка причина відхилення залежності $A = f(C)$ від основного закону світлопоглинання?

- іонізація продукту реакції;
- невірно вибраний світлофільтр;
- невірно вибрана кювета;
- розведення розчину.

4. Вкажіть характер градуєвального графіка при негативному відхиленні оптичної густини розчину від основного закону світлопоглинання:



5. Розрахуйте світлопропускання розчину (%), оптична густина якого складає 0,84:

- 14;
- 18;
- 16;
- 24.

ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

До хімічних методів кількісного аналізу відносять титриметричні та гравіметричні методи. Хімічні методи аналізу є найбільш точними і дешевими, але мають ряд недоліків.

Титриметричні методи аналізу базуються на тому, що речовини реагують між собою згідно своїх хімічних еквівалентів. Методи титриметрії класифікуються за типом реакції, яка покладена в основу метода (кислотно-основна, окисно-відновна, осаджувальна, комплексонометрія), за робочим розчином методу (аргентометрія, хроматометрія, йодометрія), за способом титрування (пряма та непряма, методи заміщення та залишків).

Так як при титруванні (додавання одного розчину до іншого) витрачається кількість реагенту, яка еквівалентна кількості титруємої речовини, необхідно зафіксувати кінець реакції (точку еквівалентності). Її знаходять за допомогою кривих титрування – графічних залежностей зміни якогось параметру системи, який пов'язаний з концентрацією визначувальної речовини, від складу розчину в процесі титрування. На будь-якій кривій є область різкої зміни розрахованого параметру, що називається стрибком титрування. Здебільшого точка еквівалентності знаходиться в середині стрибка титрування. На практиці використовують індикатори, за допомогою якого визначають не точку еквівалентності, а точку кінця титрування. Якщо індикатор підібрано вірно, то неспівпадання між цими точками незначне і похибка визначення мінімальна.

В методі титриметрії визначення кількості досліджуваної речовини або її складової частини в основному встановлюється проведенням певної хімічної реакції визначуваної речовини з відповідним реагентом. При цьому на основі відомих концентрації та об'єму витраченого на реакцію реагенту обчисленням встановлюється вміст визначуваної речовини в досліджуваному розчині.

В основі всіх розрахунків у титриметрії лежить закон еквівалентів. Еквівалент – це умовна частка, що може приєднувати, вивільняти або якимось іншим чином взаємодіяти з одним іоном гідрогену або одним електроном. Звідси, фактор еквівалентності – число, що показує, яка частка умовної частини речовини реагує (еквівалентна) з одним іоном гідрогену чи електроном. Молярна маса еквіваленту речовини – маса одного моля еквівалентів речовини, що рівна добутку фактору еквівалентності f на молярну масу речовини:

$$M_{екв} = f_{екв} \times M_r.$$

Якщо перейти до концентрації, то одержимо рівняння, яке виражає закон еквівалентів:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2, \text{ де:}$$

V – об'єми відповідних розчинів, см^3 ; C – молярна концентрація еквіваленту (нормальність) – відношення кількості речовини еквіваленту до об'єму розчину, моль/дм^3 :

$$C = \frac{f_{екв} \times M_r}{V}.$$

Інколи треба знайти масу речовини (в грамах). Тоді користуються формулою:

$$m = \frac{C \times V \times f_{екв} \times Mr}{1000}.$$

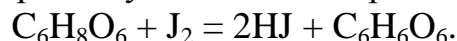
Масову частку речовини в аналізованому зразку вираховують за формулою:

$$X(\%) = \frac{C \times V \times f_{екв} \times Mr \times V_k}{10 \times Q \times V_n}.$$

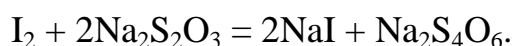
Гравіметрією називають метод кількісного хімічного аналізу, який базується на точному визначенні маси визначуваної речовини чи її складових частин. Розрізняють методи відгонки та осадження. Першим часто визначають вміст води (води) в зразку. Особливо важливим є використання методу гравіметрії для визначення елементів, що містяться у розчинах у вигляді простих чи складних іонів. При цьому визначуваний компонент виділяється у вигляді малорозчинної сполуки (осаджена форма) і осад зважується після виділення і прокалювання чи висушування (гравіметрична форма).

Лабораторна робота № 4. Визначення вмісту аскорбінової кислоти в фруктових соках.

Метод базується на йодометричному визначенні. Для визначення вмісту аскорбінової кислоти використовують метод зворотного титрування:



Надлишок йоду, який не прореагував титрують розчином тіосульфату натрію:



Молярна маса еквівалента аскорбінової кислоти, відповідно з наведеними рівняннями рівна $\frac{1}{2} M(C_6H_8O_6)$, тобто 88 г/моль.

1. Проведення аналізу.

В конічну колбу на 250 см³ наливають 40,0 см³ фруктового соку, підкислюють 4 см³ 6М розчину H₂SO₄ і додають 20,0 см³ 0,02 н розчину йоду (J₂). Колбу закривають годинниковим склом, залишають в темноті на 3-5 хвилин і потім титрують надлишок йоду 0,02 н розчином Na₂S₂O₃, використовуючи в якості індикатора крохмаль. Титрування проводять до зникнення синього забарвлення. Індикатор додають перед кінцем титрування.

В створених умовах інші відновники, наприклад, глюкоза, не реагують з йодом і не заважають визначенню аскорбінової кислоти.

2. Проведення розрахунків.

За результатами титрування розраховують вміст аскорбінової кислоти в г на 100 см³ соку:

$$m = \frac{C_{1/2O_2} \times V_{J_2} - C_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{100} \times M_{1/2C_6H_8O_6} \times \frac{100}{V_c}, \text{ де}$$

$C_{1/2J_2}$ – молярна концентрація еквівалента розчину йоду, моль/дм³;

V_{J_2} – об'єм розчину йоду, прилитий до випробувального розчину соку, см³ (в даному випадку – 20 см³);

$C_{Na_2S_2O_3}$, $V_{Na_2S_2O_3}$ – концентрація і об'єм розчину тіосульфату натрію, витрачений на титрування надлишку йоду; см³;

$M_{1/2C_6H_8O_6}$ – молярна маса еквіваленту аскорбінової кислоти, г/моль (88 г/моль)

V_c – об'єм соку, взятий для аналізу (в даному випадку-40 см³).

Лабораторна робота № 5. Визначення хлориду натрію у ковбасних та м'ясних виробках.

В основу лабораторної роботи покладено ГОСТ 9957-93 “Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины и говядины. Методы определения хлористого натрия”. Робота передбачає визначення натрію хлориду по Мору і по Фольгарду (арбітражний).

Підготовка проби.

З ковбасних виробів знімають оболонку, а з бекону та м'ясних продуктів знімають шкіру. Проби два рази подрібнюють на м'ясорубці з діаметром отворів решітки 3,0-4,5 мм і ретельно перемішують.

Проби сирокочених ковбас двічі подрібнюють на м'ясорубці з діаметром отворів решітки 3,0-4,5 мм, після чого їх рублять ножом так, щоб розмір частинок проби не перевищував 1,0 мм. Одержану пробу ретельно перемішують.

Визначення натрію хлориду аргентометричним титруванням по методу Мора

Метод Мора базується на титруванні хлорид-іонів в середовищі близькому до нейтрального іонами аргентуму в присутності калію хромовоокислого.

1. Проведення дослідження.

5,0 г подрібненої проби зважують в хімічному стакані з похибкою $\pm 0,01$ г і додають 100,0 см³ дистильованої води. Через 40 хвилин настоювання (при періодичному перемішуванні склянкою паличкою) водну витяжку фільтрують через паперовий фільтр.

5,0-10,0 см³ фільтрату піпеткою переносять в конічну колбу і титрують із бюретки 0,05 моль/дм³ розчином аргентуму нітрату в присутності 0,5 см³ розчину калію хромовоокислого (10%) до появи оранжевого забарвлення.

Наважку напівкопчених, варено-копчених, копчених ковбас, соленого бекону, м'ясних продуктів нагрівають в стакані (з водою) на водяній бані до

40°C, витримують при цій температурі протягом 45 хвилин (при періодичному перемішуванні скляною паличкою) і фільтрують через паперовий фільтр. Після охолодження аналіз проводять як описано вище.

2. Обробка результатів.

Масову частку натрію хлориду (X) у відсотках вираховують за формулою:

$$X = \frac{0,00292 \times K \times V \times 100 \times 100}{V_1 \times m}, \text{ де}$$

0,00292 – кількість натрію хлориду, що еквівалентна 1,0 см³ 0,05 моль/дм³ розчину аргентуму нітрату, г;

K – поправка до титру 0,05 моль/дм³ розчину аргентуму нітрату;

V – об'єм 0,05 моль/дм³ розчину аргентуму нітрату, який витрачений на титрування досліджуваного розчину, см³;

*V*₁ – об'єм водної витяжки, який взятий для титрування, см³;

m – наважка подрібненої проби, г.

Розбіжність між результатами паралельних визначень не повинна перевищувати 0,1%. За кінцевий результат приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

Визначення натрію хлориду за Фольгардом з використанням калію тіоціанату (роданіду)

Метод Фольгарда базується на звільненні досліджуваного зразка від білкових речовин (осадження реактивом Карреза) і титруванні надлишку доданого розчину аргентуму нітрату розчином калію тіоціанату в присутності ферумамонійних галунів в якості індикатора.

1. Приготування розчинів.

1.1. Реактив Карреза I.

106 г K₄Fe(CN)₆×3H₂O (х.ч.) розчиняють в дистильованій воді і доводять об'єм розчину до 1,0 дм³. Розчин зберігають не більше 10 діб.

1.2. Реактив Карреза II

238 г Zn(CH₃COO)₂×2H₂O та 30,0 см³ ледяної ацетатної кислоти розчиняють в дистильованій воді і доводять об'єм розчину до 1,0 дм³.

2. Проведення дослідження.

10,0 г подрібненої середньої проби, яка зважена з точністю ±0,01 г, кількісно переносять в мірну колбу на 200,0 см³ і додають невеликими порціями біля 100 см³ гарячої дистильованої води. Колбу витримують на киплячій водяній бані протягом 15 хвилин. Після охолодження до кімнатної температури, в колбу додають послідовно для осадження білків 10,0 см³ реактиву Карреза I та 10,0 см³ реактиву Карреза II, струшуючи колбу після додавання кожного реактиву.

Після цього в колбу доливають дистильовану воду до мітки, вміст ретельно перемішують і фільтрують через паперовий фільтр. 20,0 см³ фільтрату піпеткою переносять в конічну колбу на 200-250 см³, додають 5,0 см³ 4 моль/дм³ розчину нітратної кислоти, 2,0 см³ розчину ферумамонійних галунів, 20,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину аргентуму нітрату і 3,0 см³ нітробензолу (для коагуляції осаду). Вміст колби титрують 0,1 моль/дм³ розчином калію тіоціанату при енергійному струшуванні до появи червоного забарвлення розчину, яке не зникає протягом 30 секунд.

3. Обробка результатів.

Масову частку натрію хлориду (X) у відсотках вираховують за формулою:

$$X = \frac{0,00584 \times (20 \times K_1 - V \times K_2) \times 200 \times 100}{20 \times m} = \frac{5,84 \times (20 \times K_1 - V \times K_2)}{m}, \text{ де:}$$

0,00584 – кількість натрію хлориду, що еквівалентна 1,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину аргентуму нітрату, г;

K_1 – поправка до титру 0,1 моль/дм³ розчину аргентуму нітрату з точністю до 0,0001 моль/дм³;

K_2 – поправка до титру 0,1 моль/дм³ розчину калію тіоціанату;

V – об'єм 0,1 моль/дм³ калію тіоціанату, який витрачений на титрування досліджуваного розчину, см³;

m – наважка подрібненої проби, г;

200 – розбавлення наважки, см³;

20 – об'єм титрованого розчину, см³.

Розрахунки проводять з точністю до 0,01%.

Розбіжність між результатами паралельних визначень не повинна перевищувати 0,1%. За кінцевий результат приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

У відповідності з діючою нормативно-технічною документацією, вміст натрію хлориду в ковбасних і м'ясних виробах коливається в межах: варені ковбаси – до 2,5%, напівкопчені ковбаси – до 4,5%, варено-копчені ковбаси – до 5,0%, м'ясні продукти – до 7,5%.

Лабораторна робота № 6. Визначення вологи в кондитерських виробах.

В основу лабораторної роботи покладено ГОСТ 5900-93 “Кондитерские изделия. Методы определения содержания влаги и сухих веществ”. Метод базується на визначенні вологи висушуванням.

1. Підготовка до аналізу.

1.1. Пробу подрібнюють, розтирають і перемішують до однорідної маси.

1.2. Пісок обробляють концентрованою хлороводневою кислотою, промивають водою до повного видалення хлоридів (по реакції з розчином AgNO_3) і прожарюють при температурі $300-400^\circ\text{C}$.

2. Проведення аналізу.

2-3 г підготовленої проби зважують з точністю до 0,001 г, переносять в підготовлену та зважену бюксу (скляну або алюмінієву) з 6-8 – кратною кількістю прожареного піску і з скляною паличкою.

Для кондитерських виробів з борошна допускається наважка до 5 г, з точністю зважування до 0,01 г.

При визначенні вологи у виробих з борошна, в шоколаді, какао-порошку висушування проводять без піску.

Якщо виріб в'язкий і при перемішуванні з піском перетворюється в грудку, то до наважки додають $0,50 \text{ см}^3$ води, перемішують скляною паличкою при нагріванні на киплячій водяній бані і доводять до сухого стану (по зовнішньому вигляду).

Бюкси з наважкою переносять в сушильну шафу, яка нагріта до $130 \pm 2^\circ\text{C}$, відмічають час і висушують виріб точно 50 хвилин. Галети, печиво, пряники, кекси, вафельні листи висушують при $130 \pm 2^\circ\text{C}$ протягом 40 хвилин.

Після висушування, бюкси з наважками нещільно закривають кришками, ставлять в ексікатор на 30 хвилин, після чого щільно закривають кришками і зважують.

3. Проведення розрахунків.

Вміст вологи (X) у відсотках вираховують за формулою:

$$X = \frac{(G_1 - G_2) \times 100}{G}, \text{ де:}$$

G_1 – вага бюкси з наважкою до висушування в г;

G_2 – вага бюкси з наважкою після висушування в г;

G – наважка виробу (проби) в г.

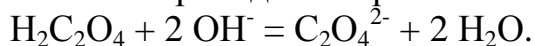
Варіанти програмного контролю знань

Варіант 1.

1. Від чого залежить положення точки еквівалентності (в кислотно-основному титруванні) на кривій титрування:

- від вихідної концентрації визначуваної речовини;
- від сили кислоти, яка титрується;
- від вибраного індикатора;
- від об'єму титрованих розчинів;
- від швидкості титрування.

2. Титрування щавлевої кислоти проходить за рівнянням:



Яке з наведених рівнянь правильно характеризує співвідношення концентрацій компонентів в точці еквівалентності?

3. Чи можна титрувати хлориди розчином аргентуму нітрату в кислому середовищі?

- не можна, оскільки немає індикатора для встановлення точки еквівалентності;
- не можна, оскільки в кислому середовищі осад важко коагулює;
- не можна, оскільки осад аргентуму хлориду значно розчиняється в кислоті;
- можна титрувати з індикатором флуоресцеїном;
- можна титрувати в присутності сульфургідридом (H_2S).

4. Чи можна застосовувати розчин нітратної кислоти в якості робочого розчину метода нейтралізації?

- не можна, оскільки важко взяти точну наважку нітратної кислоти;
- розбавлені розчини використовувати можна;
- не можна, оскільки нітратна кислота має окиснювальні властивості;
- застосування нітратної кислоти в методі нейтралізації нічим не обмежено;
- не можна, оскільки нітратна кислота розкладається на повітрі;
- розбавлену нітратну кислоту застосовують в тих випадках, коли титрування хлороводневою і сульфатною кислотою призводить до утворення осадів.

5. Після розбавлення водою в 10 разів, рН досліджуваного розчину не змінилось. Яка суміш реагентів знаходилась в досліджуваному розчині:

- $CH_3COONa + CH_3COOH$;
- $CH_3COONa + NaOH$;
- $CH_3COOH + CaCl_2$;
- $HCOOH + HCOONa$;
- $NaH_2PO_4 + Na_2HPO_4$;
- $NH_4OH + NH_4Cl$;
- $NH_4OH + NaCl$;
- $HCOOH + CH_3COONa$;
- $CH_3COONa + CH_3COONH_4$;
- $NH_4OH + NaOH (10^{-2} M)$;
- $Ca(OH)_2 + CaCl_2 (10^{-3} M)$.

ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Потенціометричний метод аналізу базується на визначенні активності (в наближенні концентрації) визначуваних іонів по величині електрохімічного потенціалу індикаторного електроду, який занурений у досліджуваний розчин. В основі потенціометричного визначення іонів лежить рівняння Нернста, яке показує зв'язок між величиною потенціалу та активністю іонів у розчині:

$$E_x = E_0 \pm \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln a, \text{ де:}$$

E_0 – стандартний потенціал електроду, В;

R – універсальна газова стала, 8,31 Дж / (моль×К);

T – абсолютна температура, °К;

a – активність іона;

n – кількість електронів, що приймають участь у електрохімічній реакції;

F – стала Фарадея, 96500 Кл/моль.

Якщо в наведене рівняння підставити сталі величини і перейти від натурального до десяткового логарифму, то рівняння Нернста набуває такого

$$\text{вигляду: } E_x = E_0 \pm \frac{0,058}{n} \times \lg a.$$

Це рівняння є в основі прямого потенціометричного аналізу, який базується на безпосередньому вимірюванні потенціалу індикаторного електроду, який занурений у аналізований розчин і на розрахунку активності (концентрації) іону. Прямий метод потенціометричного аналізу набув широкого використання для визначення рН розчинів за допомогою скляного електроду, а також для визначення ряду іонів за допомогою іоноселективних електродів.

Якщо у розчині є іони одного і того ж елементу у різних ступенях окиснення, потенціал системи визначається співвідношенням активностей (концентрацій) його окисненої і відновленої форм згідно рівняння:

$$E_x = E_0 \pm \frac{0,058}{n} \times \lg \frac{a_{ok}}{a_{red}}.$$

Це рівняння використовується в потенціометричному титруванні, при якому індикаторний електрод занурюють у досліджуваний розчин і титрують відповідним реагентом. В процесі титрування спостерігають зміну потенціалу, будують криву титрування за якою знаходять точку еквівалентності. Крім індикаторних, до складу установок для потенціометрії обов'язково входять і електроди порівняння, по відношенню до яких вимірюють потенціали індикаторних електродів.

Лабораторна робота 7. Визначення нітратів в рослинах.

В основу лабораторної роботи покладені “Методические указания по определению нитратов в продукции растениеводства № 4415-87 и № 4610-88”, а також “Методические указания по определению нитратов и нитритов в продукции растениеводства № 5048-89”. Сутність методу полягає у вилученні

нітратів із аналізованого матеріалу розчином алюмокалієвих галунів і наступним визначенням концентрації нітратів в одержаній витяжці за допомогою іоноселективного електроду. При аналізі рослинної продукції родини хрестоцвітих для руйнування домішок, які заважають визначенню нітратів, додатково проводять їх окиснення калієм перманганатом.

Метод використовують тільки в тому випадку, коли вміст хлоридів в досліджуваному матеріалі не перевищує вміст нітратів більше, ніж в 50 разів. Якщо аналізують рослинну продукцію, яка містить значні кількості хлоридів (продукти переробки плодів і овочів) використовують фотометричний метод визначення нітратів, який базується на їх відновленні до нітритів на кадмієвій колонці і визначенні нітритів по реакції з реактивом Грісса.

Чутливість іонометричного визначення нітратів складає 30 мг/кг, а сумарна похибка методу оцінюється по коефіцієнту варіації і складає $\pm 12\%$.

1. Підготовка до аналізу та приготування розчинів.

1.1. Підготовка проби.

Відбір проб проводять поштучно. Якщо продукти складені в кілька шарів, то з кожного шару відбирають пробу. Із загальної проби, для підготовки до аналізу поступають таким чином:

1.1.1. Картопля. Клубні миють водою, обсушують фільтрувальним папером або чистою ганчіркою З кожної бульби беруть чверть. Відібраний матеріал перемішують і виділяють пробу для аналізу вагою не менше 0,25 кг.

1.1.2. Буряк столовий та інші коренеплоди. Коренеплоди миють водою, витирають, відрізають шийку і тонкий кінець кореня. Великі коренеплоди розрізають хрестоподібно вздовж вертикальної осі і використовують для аналізу половину або чверть. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5-0,25 кг.

1.1.3. Капуста. Кожний качан розрізають на 4 частини по вертикальній осі і беруть по одній чверті пробу для аналізу. При цьому зрізають та викидають поверхню попереднього зрізу, відкидають верхні неїстівні листя і залишок качану. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5 кг.

1.1.4. Листові овочі очищують від землі, звільняють від неїстівних частин та включень і виділяють пробу для аналізу вагою 0,25 кг.

1.1.5. Цибулинні рослини. Відкидають неїстівні частини. З цибульок видаляють верхню луску, зрізають і відкидають основу кореня і суху шийку. Цибульки поділяють на дві частинки по вертикалі і беруть для аналізу тільки одну половинку. Із одержаного матеріалу відбирають пробу для аналізу вагою 0,25 кг.

1.1.6. Томати, огірки. Плоди миють водою, просушують фільтрувальним папером або чистою ганчіркою, видаляють плодоніжки. Великі плоди розрізають на 2-4 частини вздовж осі, для аналізу беруть половину або чверть. Із одержаного матеріалу виділяють для аналізу пробу вагою 0,5 кг.

1.1.7. Баштанні культури. З плодів знімають верхній шар, який не вживають у їжу, видаляють також насіння і досліджують тільки їстівну частину. Плоди розрізають на 2 частини по лінії від місця кріплення стебла до

посліду квітки таким чином, щоб в кожену половину потрапили затемнені і освітлені сонцем частини. Якщо плоди дуже великі, їх розрізають на сегменти 6-8 см по колу плоду і беруть 2-4 сегменти з протилежних сторін кожного плода. Із одержаного матеріалу виділяють пробу для аналізу вагою 0,5 кг.

1.2. Підготовка зразку до аналізу.

Проби для аналізу, які відібрані згідно п.1.1., подрібнюють за допомогою терки або гомогенізатора до одержання однорідної маси. Зелені культури попередньо подрібнюють ножицями або ножом до розміру частин 0,5-1 см. Подрібнену пробу ретельно перемішують і використовують для аналізу.

1.3. Приготування розчину алюмокалієвих галунів з масовою часткою 1% (екстрагуючий розчин).

10,0 г алюмокалієвих галунів зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять в мірну колбу на 1000 см³, розчиняють в дистильованій воді і доводять об'єм розчину до мітки.

1.4. Приготування екстрагуючого розчину для культур родини хрестоцвітих.

10,0 г алюмокалієвих галунів зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять в мірну колбу на 1000 см³, розчиняють в дистильованій воді. Після цього зважують 1,0 г перманганату калію з точністю до першого десяткового знаку і переносять наважку в цю ж колбу, туди ж додають 0,6 см³ концентрованої сульфатної кислоти. Одержану суміш збовтують до розчинення всіх інгредієнтів і розчин доводять до мітки дистильованою водою. Розчин може зберігатись не більше 1 року.

1.5. Приготування розчину калію нітрату концентрацією 0,1 моль/дм³ ($p_{\text{CNO}_3^-} = -\lg \text{CNO}_3^- = 1$).

10,11 г калію нітрату, який попередньо висушений при температурі 100-110°C до постійної ваги, зважують з точністю до другого десяткового знаку, переносять в мірну колбу на 1000 см³, розчиняють в екстрагуючому розчині і доводять об'єм до мітки екстрагуючим розчином. Розчин може зберігатись не більше 1 року. При появі каламуті або осаду готують новий розчин.

1.6. Приготування розчинів порівняння калію нітрату.

Розчини порівняння калію нітрату готують із розчину, який приготовлений по п. 1.5., в день проведення аналізу, використовуючи для розведення той же розчин алюмокалієвих галунів, який використовують для аналізу.

1.6.1. Розчин порівняння з концентрацією калію нітрату 0,01 моль/дм³ ($p_{\text{CNO}_3^-} = -\lg \text{CNO}_3^- = 2$).

Розчин калію нітрату, який приготовлений по п. 1.5., розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвих галунів. Для цього відбирають піпеткою 10 см³ розчину з $p_{\text{CNO}_3^-} = 1$ в мірну колбу на 100 см³, доводять об'єм до мітки розчином алюмокалієвих галунів і перемішують.

1.6.2. Розчин порівняння з концентрацією калію нітрату 0,001 моль/дм³ ($p_{\text{CNO}_3^-} = -\lg \text{CNO}_3^- = 3$).

Розчин калію нітрату, який приготовлений по п. 1.6.1., розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвих галунів.

1.6.3. Розчин порівняння з концентрацією калію нітрату 0,0001 моль/дм³ ($p\text{CNO}_3^- = -\lg\text{CNO}_3^- = 4$).

Розчин калію нітрату, який приготовлений по п. 1.6.2., розбавляють в 10 разів розчином алюмокалієвих галунів.

Розчини порівняння, які одержані по п.п. 1.6.1.-1.6.3., використовують для градування приладу, перевірки електродів і побудови градувального графіку.

1.7. Підготовка електродів до роботи.

Мембранний іоноселективний нітратний електрод та хлорсрібний електрод порівняння готують до роботи у відповідності з інструкціями до електродів.

В проміжки між проведенням випробувань мембранний іоноселективний електрод занурюють в дистильовану воду, а якщо перерва між випробуваннями більше доби, електрод зберігають в розчині азотнокислого калію з концентрацією 0,1 моль/дм³. При тривалих перервах між дослідженнями (5 діб і більше) електрод зберігають на повітрі. В обох випадках перед початком вимірювань електрод витримують в дистильованій воді не менше 10 хвилин.

Хлорсрібний електрод порівняння в перервах між випробуваннями зберігають в дистильованій воді.

2. Проведення випробувань.

2.1. 10,0 г подрібненого матеріалу зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять в стакан гомогенізатора, додають 50 см³ розчину алюмокалієвих галунів з масовою долею 1% і гомогенізують протягом 1 хвилини. При відсутності гомогенізатора використовують мішалку (тривалість перемішування 3 хвилини). В одержаній суспензії визначають концентрацію нітрат-іонів.

2.2. При аналізі рослинної продукції родини хрестоцвітих 10,0 г подрібненого матеріалу зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять в стакан на 100 см³, додають 50 см³ екстракційного розчину, який приготовлений по п. 1.4., і перемішують протягом 3-5 хвилин. Після цього додають по краплям (2-3 краплі) 30%-ого розчину пероксиду водню до знебарвлення розчину. В одержаній суспензії визначають концентрацію нітрат-іонів.

3. Визначення концентрації нітрат-іонів.

Вимірювання концентрації нітрат-іонів проводять в одиницях $p\text{CNO}_3^-$ по шкалі приладу. При безпосередньому вимірюванні $p\text{CNO}_3^-$ прилад щоденно настроюють в режимі "рХ" у відповідності з інструкцією заводу-виготовлювача по розчинам порівняння з $p\text{CNO}_3^-$, які рівні 4 і 2. Розчин порівняння з $p\text{CNO}_3^- = 3$ використовують для контролю показів. Відхилення значення $p\text{CNO}_3^-$ від номінальних значень $p\text{CNO}_3^-$ розчинів порівняння не повинні перевищувати 0,02 одиниці $p\text{CNO}_3^-$.

Після градування приладу електроди ретельно промивають дистильованою водою, витирають фільтрувальним папером і занурюють в досліджувану пробу. Покази приладу фіксують не раніше, ніж через хвилину

після припинення дрейфу показів приладу. При переході від однієї проби до іншої, електроди промивають дистильованою водою і витирають фільтрувальним папером. Температура досліджуваних проб і розчинів порівняння повинна бути однаковою.

4. Обробка результатів аналізу.

Якщо для аналізу використовували наважку подрібненої проби, то масову концентрацію нітратів в досліджуваному матеріалі (X) в мг/кг визначають за формулою:

$$X = \frac{\left(V + \frac{\omega \times H}{100 \times I} \right) \times 10^{-pC} NO_3^- \times 62 \times 10^6}{1000 \times H}, \text{ де:}$$

62 – молярна вага іону нітрату, г;

H – вага проби, яка взята для аналізу, г;

V – об'єм екстрагуючого розчину, см^3 ;

$10^{-pC} NO_3^-$ – концентрація нітрату у витяжці, моль/ дм^3 ;

1000 – коефіцієнт переводу см^3 в дм^3 ;

ω – масова частка води в пробі, %;

100 – коефіцієнт перерахунку % в частки одиниць;

I – густина води, $\text{г}/\text{см}^3$;

10^6 – коефіцієнт перерахунку часток одиниць в мг/кг.

Якщо взяти до уваги, що $V = 50 \text{ см}^3$, $H = 10 \text{ г}$ і провести відповідні скорочення та перетворення, формула для розрахунку набуває вигляду:

$$X = \left(50 + \frac{\omega}{10} \right) \times 10^{-pC} NO_3^- \times 6200.$$

Розрахунки по наведеним рівнянням можна виключити, якщо використовувати таблиці 2 і 3 переведення величин $pC_{NO_3^-}$ в масову частку нітратів в аналізованому зразку. Таблиці складені з врахуванням вмісту вологи в різних рослинах.

Таблиця 2

Переведення значення $\rho_{\text{CNO}_3^-}$ в масову частку нітратів в NO_3^- (мг/кг) при аналізі витяжки з картоплі, буряку столового, цибулі, винограду ($H:V = 1:5$)

$\rho_{\text{CNO}_3^-}$	Соті частки $\rho_{\text{CNO}_3^-}$ (м.ч. нітратів, мг/кг)									
	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
1,6	9033	8827	8626	8430	8238	8050	7867	7688	7513	7342
1,7	7175	7012	6852	6696	6544	6395	6249	6107	5968	5832
1,8	5699	5570	5443	5319	5198	5079	4944	4851	4740	4633
1,9	4527	4424	4323	4225	4129	4035	3943	3853	3765	3680
2,0	3526	3514	3434	3356	3280	3205	3132	3061	2991	2985
2,1	2856	2791	2728	2668	2605	2546	2488	2431	2376	2327
2,2	2269	2217	2161	2107	2069	2022	1976	1931	1887	1844
2,3	1802	1761	1721	1682	1644	1606	1590	1584	1499	1465
2,4	1432	1399	1367	1336	1306	1276	1247	1218	1191	1164
2,5	1137	1111	1086	1061	1037	1013	990	968	946	924
2,6	903	883	863	843	824	805	787	769	751	734
2,7	717	701	685	670	654	639	625	611	597	583
2,8	570	557	544	532	520	508	496	485	474	463
2,9	453	442	432	422	413	403	394	385	377	368
3,0	360	351	343	336	328	320	313	306	299	292
3,1	286	279	273	267	261	255	249	243	238	232
3,2	227	222	217	212	207	202	198	193	189	184
3,3	180	176	172	168	164	161	157	153	150	146
3,4	143	140	137	134	131	128	125	122	119	116
3,5	114	111	109	106	104	101	99	97	95	92
3,6	90,3	88,3	86,3	84,3	82,4	80,5	78,7	76,9	75,1	73,4
3,7	71,7	70,1	68,5	67,0	65,4	63,9	62,5	61,1	59,7	58,3
3,8	57,0	55,7	54,4	53,2	52,0	50,8	49,6	48,5	47,4	46,3
3,9	45,3	44,2	43,2	42,2	41,3	40,3	39,4	38,5	37,7	36,8
4,0	36,0	35,1	34,3	33,6	32,8	32,0	31,3	30,6	29,9	29,2

Таблиця 3

Переведення значення $\rho_{\text{CNO}_3^-}$ в масову частку нітратів в NO_3^- (мг/кг) при аналізі витяжки з капусти, моркви, томатів, огірків, дині, кавунів, перцю, кабачків, зелених культур, яблук, груш ($H:V = 1:5$)

$\rho_{\text{CNO}_3^-}$	Соті частки $\rho_{\text{CNO}_3^-}$ (м.ч. нітратів, мг/кг)									
	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
1,6	9188	8979	8775	8575	8380	8189	8003	7821	7643	7439
1,7	7299	7133	6970	6812	6656	6505	6357	6112	6071	5933
1,8	5798	5666	5537	5411	5287	5157	5049	4935	4822	4712
1,9	4605	4500	4398	4298	4200	4104	4011	3920	3830	3743
2,0	3658	3575	3493	3414	3336	3260	3183	3113	3043	2973
2,1	2906	2840	2775	2712	2650	2590	2531	2473	2417	2362
2,2	2308	2256	2204	2154	2105	2057	2010	1964	1920	1876
2,3	1833	1792	1751	1711	1672	1634	1597	1560	1525	1490
2,4	1456	1423	1391	1359	1328	1298	1268	1239	1211	1184
2,5	1157	1130	1105	1080	1055	1031	1007	985	962	940
2,6	919	898	877	858	838	819	800	782	764	747
2,7	730	719	697	681	666	650	636	621	607	593
2,8	580	567	554	541	529	517	505	493	482	471
2,9	461	450	440	430	420	410	401	392	383	374
3,0	366	357	349	341	334	326	319	311	304	297
3,1	291	284	279	272	265	259	253	247	242	236
3,2	231	226	220	215	210	206	201	196	192	183
3,3	183	179	175	171	167	163	160	156	152	149
3,4	146	142	139	136	133	130	127	124	121	118
3,5	116	113	110	108	105	103	100	98	96	94
3,6	91,9	89,8	87,7	85,8	83,8	81,9	80,0	78,2	76,4	74,7
3,7	73,0	71,3	69,7	68,1	66,6	65,0	63,6	62,1	60,7	59,3
3,8	58,0	56,7	55,4	54,1	52,9	51,7	50,5	49,3	48,2	47,1
3,9	46,1	45,0	44,0	43,0	42,0	41,0	40,1	39,2	38,3	37,4
4,0	36,6	35,7	34,9	34,1	33,4	32,6	31,9	31,1	30,4	29,7

5. Оцінка результатів аналізу.

Вирахування проводять до цілих чисел, мг/кг. За кінцевий результат, який одержаний в одній лабораторії, приймають середнє арифметичне (\bar{X}) результатів двох паралельних досліджень. Допустима розбіжність між двома паралельними визначеннями, проведених в одній лабораторії, залежить від рівня концентрації і при $P=0,95$ не повинна перевищувати значень сходимості (r), які вказані в табл. 4. Допустима розбіжність між двома паралельними визначеннями, проведених в 2-х різних лабораторіях, залежить від рівня концентрації і при $P=0,95$ не повинна перевищувати значень відтворюваності (R), які вказані в табл. 4

Для одержання величин сходимості і відтворюваності для концентрацій нітратів, які відрізняються від вказаних в табл. 4 можна використати

апроксимуюче кореляційне рівняння для залежності характеристик точності визначення нітратів від концентрацій (X) (мг/кг):

$$r = 13.8 + 0,08 \times X; \quad R = 0,354 \times X.$$

При порівнянні аналітичних результатів з величиною ГДК, у відповідності із рекомендаціями Міжнародного Стандарту ISO № 5725-81, використовують величину допустимого критичного відхилення

$$CrД = |X - m_0| = \frac{1}{\sqrt{2}} \times \sqrt{R^2 - r^2} \times \left(n - \frac{1}{n}\right), \text{ де: } X - \text{середня концентрація, яка одержана}$$

в одній лабораторії при n – паралельних визначеннях, m_0 – величина ГДК.

Якщо відхилення знайденої концентрації від ГДК не перевищує значення $CrД$, представлене в табл.4 при $P=0,95$, можна рахувати, що знайдена концентрація співрозмірна з ГДК, а якщо відхилення перевищує $CrД$, слід вважати знайдену концентрацію нітратів в рослинній продукції таку, що не відповідає рівню ГДК.

Таблиця 4

Внутрілабораторна сходимість (r), міжлабораторна відтворюваність (R) і допустиме критичне відхилення від ГДК ($CrД$) для іонметричного методу визначення нітратів при різних рівнях концентрацій (X) в рослинній продукції

X , мг/кг	r , мг/кг	R , мг/кг	$CrД$ при $n = 2$
50	18	18	9
100	22	35	22
150	26	53	40
200	30	71	48
250	34	88	60
300	38	106	72
400	46	142	98
500	55	177	123
600	62	212	147
750	75	265	196
800	78	283	196
1000	95	354	251
1400	136	496	371
2000	177	708	487

Для зручності оцінювання результатів дослідження наводимо деякі значення ГДК нітратів в рослинній продукції СанПиН 42-123-4619-88:

- картопля – 250 мг/кг;
- капуста – рання (до 1 вересня) - 900 мг/кг, пізня - 500 мг/кг;
- морква – рання (до 1 вересня) - 400 мг/кг, пізня - 250 мг/кг;
- томати – (відкритий ґрунт) - 150 мг/кг, (закритий ґрунт) - 300 мг/кг;
- огірки – (відкритий ґрунт) - 150 мг/кг, (закритий ґрунт) - 400 мг/кг;
- буряк столовий – 1400 мг/кг;
- цибуля (ріпка) – 80 мг/кг;

- цибуля (перо) – (відкритий ґрунт) - 600 мг/кг, (закритий ґрунт) - 800 мг/кг;
- зелені культури – (відкритий ґрунт) - 2000 мг/кг, (закритий ґрунти) - 3000 мг/кг;
- дині – 90 мг/кг;
- кавуни – 60 мг/кг;
- перець солодкий – (відкритий ґрунт) - 200 мг/кг, (закритий ґрунт) - 400 мг/кг;
- кабачки – 400 мг/кг;
- виноград столових сортів – 60 мг/кг;
- яблука – 60 мг/кг;
- груші – 60 мг/кг.

Лабораторна робота № 8. Визначення вмісту титрованих кислот в винах та виноматеріалах.

В основу лабораторної роботи покладено ГОСТ 14252-93 “Вина и виноматериалы. Методы определения титруемых кислот”. Метод базується на титруванні певного об’єму вина, виноматеріалів розчином лугу до одержання нейтральної реакції, яку встановлюють за допомогою потенціометра.

1. Підготовка до аналізу та приготування розчинів.

1.1. Видалення діоксиду карбону.

Якщо вина газовані, то для видалення з них діоксиду карбону біля 50 см³ вина збовтують протягом 1-2 хвилин в колбі на 1000 см³, під вакуумом, який створюють вакуумним насосом. Видалення діоксиду карбону із тихих вин та виноматеріалів можна проводити шляхом нагрівання. Для цього в конічну колбу відміряють 10,0 см³ вина або виноматеріалів, додають 25,0 см³ дистильованої води і доводять до кипіння.

1.2. Приготування стандартного розчину гідроксиду натрію або калію концентрацією 0,1 моль/дм³.

Розчин готують із стандарт-титру, шляхом перенесення вмісту ампули в колбу на 1000 см³ і доведення об’єму до мітки дистильованою водою.

2. Проведення аналізу.

Потенціометр калібрують згідно інструкції. В стакан відміряють 10,0 см³ вина або виноматеріалу. Із яких видалено діоксид карбону по п. 1.1., додають 10,0 см³ свіжокип’яченої охолодженої дистильованої води і титрують розчином гідроксиду калію або натрію з концентрацією 0,1 моль/дм³, спостерігаючи за показами потенціометра. Титрування закінчують при рН 7,0.

3. Обробка результатів.

Масову концентрацію титрованих кислот (X) виражають в г/дм³ в перерахунку на яблучну кислоту для плодово-ягідних вин, і на винну – для виноградних, за формулою:

$$X = \frac{V \times K \times 1000}{10}, \text{ де:}$$

V – об'єм розчину лугу з концентрацією 0,1 моль/дм³, який витрачений на титрування 10,0 см³ вина або виноматеріалів, см³;

K – вага кислоти, г. яка відповідає 1 см³ розчину лугу з концентрацією 0,1 моль/дм³ і рівна для винної кислоти 0,0075, для яблучної – 0,0067;

1000 – коефіцієнт перерахунку результатів на 1 дм³;

10 – об'єм досліджуваного вина або виноматеріалів, який взятий для титрування, см³.

За кінцевий результат приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень, допустима абсолютна розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,10 г/дм³. Результати паралельних випробувань округлюють до другого знаку після коми, а кінцевий результат – до першого десяткового знаку.

В залежності від сортів вин, середній вміст титрованих кислот в них регламентується в межах 3,0-7,0 г/дм³.

Варіанти програмного контролю знань

Варіант 1.

1. В яких випадках каломельний електрод може бути індикаторним електродом?

- в реакціях окислення-відновлення;
- в реакціях нейтралізації;
- в реакціях титрування меркурію;
- в реакціях титрування хлориду.

2. Якому рівнянню Нернста відповідає потенціал електроду II роду:

а) $E_k = E_0 + \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln \frac{a_{Ox}}{a_{Red}};$

б) $E_k = E_0 + \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln a_{An^-};$

в) $E_k = E_0 + \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln a_{Me^{+n}};$

г) $E_k = E_0 + \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln a_{Me^{+n}} \times a_{H^+}.$

3. Який із перерахованих факторів не впливає на величину стрибка потенціометричного титрування в методі осадження?

- швидкість титрування;
- величина ДР нерозчинної сполуки;
- розчинність осаду;
- концентрація розчинів.

4. Який вид буде мати крива потенціометричного титрування суміші йодид-іону та хлорид-іону розчином аргентуму нітрату з срібним індикаторним електродом?

- потенціал буде зменшуватись і на кривій титрування буде один стрибок;
- потенціал буде збільшуватись і на кривій титрування будуть два стрибки: перший – відповідає титруванню хлорид-іона, другий – титрування йодид-іонів;
- потенціал буде збільшуватись і на кривій титрування буде один стрибок;
- потенціал буде зменшуватись і на кривій титрування будуть два стрибки: перший – відповідає титруванню йодид-іонів, другий – титрування хлорид-іона.

5. Досліджуваний розчин солі кадмію об'ємом 10,0 см³ розбавили водою до 50,0 см³ в мірній колбі і виміряли електродний потенціал кадмій-селективного електроду в одержаному розчині і одержали значення $E_x = 94,0$ мВ. Розрахуйте активність розчину солі кадмію (моль/дм³):

- $8,9 \times 10^{-2}$;
- $8,9 \times 10^{-4}$;
- $9,8 \times 10^{-2}$;
- $8,9 \times 10^{-3}$.

Варіант 2.

1. В яких випадках водневий електрод може бути індикаторним електродом?

- в реакціях окиснення-відновлення;
- в реакціях нейтралізації;
- в реакціях осадження;
- в реакціях комплексоутворення.

2. Якому рівнянню Нернста відповідає потенціалу електроду I роду?

а) $E_k = E_0 + \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln \frac{a_{Ox}}{a_{Red}}$;

б) $E_k = E_0 + \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln a_{An^-}$;

в) $E_k = E_0 + \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln a_{Me^{+n}}$;

г) $E_k = E_0 + \frac{R \times T}{n \times F} \times \ln a_{Me^{+n}} \times a_{H^+}$.

3. В яких координатах будують криві потенціометричного титрування?

- $E_x - V_{титранту}$;
- $T^\circ C - V_{титранту}$;
- $E_0 - V_{титранту}$;
- $E_x - V_{розчину}$.

4. Назвіть основні переваги методу прямої потенціометрії.

5. Наважку зразку вагою 0,2000 г, який містить калій, розчинили у воді і об'єм довели до 100,0 см³. При вимірюванні електродного потенціалу калій-селективного електроду одержали значення $E_x = 60,0$ мВ. Розрахуйте масову частку (%) калію у зразку:

- 39,90;
- 27,40;
- 34,80;
- 29,10.

РЕФРАКТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД АНАЛІЗУ

Рефрактометричний метод аналізу базується на залежності показника заломлення n від концентрації головним чином двохкомпонентних розчинів або суміші двох рідин. Цей метод характеризується відносною простотою апаратури і техніки виконання при високій точності вимірювання показника заломлення. Прилади, які використовують для вимірювання показника заломлення називаються рефрактометрами і дозволяють встановлювати показник заломлення з точністю до 1×10^{-4} , тобто до 10^{-2} від вимірювальної величини.

Рефрактометрія – приклад оптичного експресного мікрометоду: для визначення показника заломлення достатньо 1-2 крапель досліджуваної рідини, а визначення займає декілька хвилин. Метод базується на заломленні променя світла при переході від одного середовища в інше. Якщо промінь світла проходить перпендикулярно поверхні розділу фаз, то його напрямок при цьому не змінюється (рис. 1, промінь $A-A_1$). У всіх інших випадках, тобто коли кут падіння менше 90° , напрямок променя світла при переході з одного середовища в інше змінюється (промінь заломлюється, рис. 1, промінь $B-B_1$).

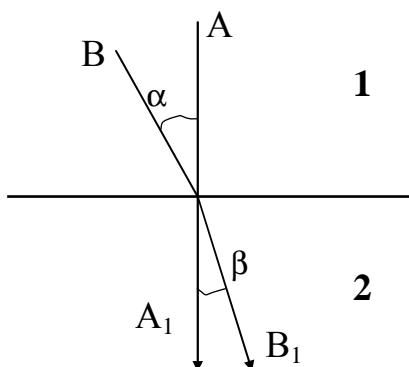


Рис. 1. Заломлення променя світла при проходженні з менш щільного середовища 1 в більш щільне середовище 2.

Під кутом падіння α розуміють кут між напрямком падаючого променя (B) і перпендикуляром до поверхні розділу фаз (A); кут заломлення β – це кут між напрямком заломлення променя і перпендикуляром A . Відношення синусів цих кутів являє собою показник заломлення середовища, в яке промінь світла входить з іншого середовища:

$$n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}.$$

При проходженні променя світла із середовища з меншим значенням n в середовище з більшим показником заломлення, кут β менше кута α (рис. 1.). Якщо кут падіння α наближається до 90° , то кут заломлення β менше 90° . Якщо кут α збільшувати, то падаючий промінь світла повністю відбивається від межі розділу і не потрапляє в менш густе середовище, проходить повне внутрішнє відбивання.

Робота рефрактометра базується на явищі повного внутрішнього відбивання світла на межі двох середовищ (одне – скляна призма, друге – досліджуваний розчин) або на положенні граничного променя, який встановлюється на межі світлотіні.

Правильність показів шкали рефрактометра перевіряють шляхом вимірювання показника заломлення води при $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$, він повинен бути рівним 1,3330. Для перевірки можна використовувати і інші рідини: хлороформ ($n = 1,4467$), толуен ($n = 1,4992$), анілін ($n = 1,5867$), тощо.

Кожна речовина в аналізованій суміші зберігає свою заломлюючу здатність, тому показник заломлення являє собою адитивну величину. Заломлююча здатність речовини, яка зумовлена будовою молекули, характеризується молярною рефракцією R_M і описується рівнянням Лорентца-Лоренца:

$$R_M = \frac{(n^2 - 1) \times M}{(n^2 + 2) \times d}, \text{ де:}$$

M – молекулярна вага речовини; d – густина речовини, $\times 10^3 \text{ кг/м}^3$.

Молярна рефракція не залежить від температури і агрегатного стану речовини. Молярна рефракція хімічних сполук являє собою адитивну величину, що використовується для встановлення складу і будови органічних речовин.

Рефрактометричний метод аналізу використовується в хіміко-аналітичному контролі якості природних об'єктів і продуктів харчової промисловості.

Лабораторна робота № 9. Визначення сахарози в прозорих сиропях.

Метод базується на визначенні залежності показника заломлення сиропів від вмісту в них сахарози. Концентрацію сахарози знаходять за градувальним графіком, або шляхом розрахунків.

1. Проведення аналізу та побудова градувального графіку.

За допомогою капіляру наносять 1-2 краплі прозорого сиропу на нижню призму рефрактометра і вимірюють показник заломлення n при $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$; необхідну температуру підтримують за допомогою термостату. Вимірювання проводять 3-4 рази і вираховують середнє арифметичне значення n .

За даними табл. 5 будують градувальний графік залежності показника заломлення сиропу від вмісту в ньому сахарози, але зміну показника заломлення при зміні концентрації сахарози на декілька відсотків не вдається точно оцінити за допомогою такого графіку. Тому, в більшості випадків, проводять розрахунок концентрації.

Таблиця 5.

Показники заломлення водних розчинів сахарози при 20°C.

Сахароза, мас. %	n_D^{20}	Сахароза, мас. %	n_D^{20}	Сахароза, мас. %	n_D^{20}
0	1,3330	30	1,3811	60	1,4418
2	1,3359	32	1,3847	62	1,4464
4	1,3388	34	1,3883	64	1,4509
6	1,3417	36	1,3920	66	1,4555
8	1,3448	38	1,3958	68	1,4608
10	1,3478	40	1,3997	70	1,4651
12	1,3509	42	1,4036	72	1,4700
14	1,3541	44	1,4076	74	1,4749
16	1,3573	46	1,4117	76	1,4799
18	1,3605	48	1,4151	78	1,4850
20	1,3638	50	1,4200	80	1,4901
22	1,3672	52	1,4242	82	1,4954
24	1,3706	54	1,4285	84	1,5007
26	1,3740	56	1,4329		
28	1,3775	58	1,4373		

2. Проведення розрахунків.

Припустимо, що середнє арифметичне значення показника заломлення складає 1,3439, тобто концентрація сахарози знаходиться в межах 6 - 8% (табл. 5). Зміна концентрації сахарози на 2% відповідала б зміні n на $1,3448 - 1,3417 = 0,0031$. В даному випадку показник заломлення змінився тільки на $1,3439 - 1,3417 = 0,0022$.

Отже, різниця в значенні показника заломлення в 0,0031 відповідає 2% сахарози, 0,0022 – Q ,%.

$Q=1,42\%$. Тобто в аналізованому сиропі міститься $6,0 + 1,42 = 7,42\%$ сахарози.

В загальному вигляді невідому концентрацію сахарози Q знаходять за рівнянням:

$$Q = \frac{(C_2 - C_1) \times (n_x - n_1)}{n_2 - n_1}, \text{ де:}$$

C_1 – концентрація менш концентрованого стандартного розчину, г/100 см³; C_2 – концентрація більш концентрованого розчину, г/100 см³; n_x – показник заломлення аналізованого розчину; n_1 – показник заломлення розчину з концентрацією C_1 ; n_2 – показник заломлення розчину з концентрацією C_2 .

Якщо термостатування проби неможливо, враховують фактор температури (згідно табл. 6).

Таблиця 6.

Поправка на температуру при визначенні сахарози в продуктах цукрового виробництва.

t, °C	Відсотковий вміст сахарози в аналізованому продукті вище											
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Від знайденого значення вмісту сахарози слід відняти												
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,39	0,40
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,32
17	0,17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24
18	0,12	0,13	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
До знайденого значення вмісту сахарози слід додати												
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,46	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48
26	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
27	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64

Лабораторна робота № 10. Визначення жиру в вершковому маслі.

Метод базується на вимірюванні показника заломлення розчину жиру в органічному розчиннику з відомим і більш високим, ніж для жиру, показником заломлення, наприклад в α -монобромнафталіні.

1. Проведення аналізу.

В хімічному стакані зважують 10,0 г вершкового масла. За допомогою піпетки додають 5,0 см³ α -монобромнафталіну, стакан нагрівають на водяній бані до температури 40°C, щоб розтопилось масло. Для зневоднення масла та видалення білків до проби додають 2-3 г натрію сульфату, суміш ретельно розтирають скляною паличкою протягом 2-3 хвилин. Після осадження білків на дно стакану, 2-3 краплі прозорої рідини наносять капіляром на нижню призму рефрактометру, після чого опускають верхню призму і вимірюють показник заломлення при $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$ з точністю до $\pm 0,0001$.

2. Проведення розрахунків.

Вимірювання проводять 2-3 рази і розраховують середнє арифметичне значення показника заломлення. Вміст жиру в аналізованому маслі (Q , %) розраховують за формулою:

$$Q = \frac{V \times d \times (n_1 - n_2) \times 100}{m \times (n_2 - n_3)}, \text{ де:}$$

V – об’єм розчинника, см^3 ; d – густина жиру при 20°C ($0,920 \times 10^3 \text{ кг/м}^3$); m – вага аналізованої проби вершкового масла, г; n_1 – показник заломлення α -монобромнафталіну ($1,6580$ при 20°C); n_2 – показник заломлення розчину жиру в α -монобромнафталіні; n_3 – показник заломлення жиру ($1,4606$ - $1,4640$ при 20°C).

За вказаним рівнянням можна вирахувати показник заломлення розчинів жиру в α -монобромнафталіні в залежності від вмісту жиру в вершковому маслі (табл. 7).

Таблиця 7.

Залежність показника заломлення від вмісту жиру в вершковому маслі.

n_2	Вміст жиру, ваг. %	n_2	Вміст жиру, ваг. %
1,5285	90,5	1,5400	70,3
1,5290	89,5	1,5410	68,9
1,5300	87,5	1,5420	67,4
1,5310	85,6	1,5430	66,0
1,5320	83,7	1,5440	64,4
1,5330	81,9	1,5450	63,3
1,5340	80,1	1,5460	62,0
1,5350	78,3	1,5470	60,8
1,5360	76,7	1,5480	59,5
1,5370	75,0	1,5490	58,3
1,5380	73,4	1,5500	56,4
1,5390	71,9		

Варіанти програмного контролю знань

Варіант 1.

1. Вкажіть явище, на якому базується робота рефрактометрів:

- оптична активність речовини;
- повне внутрішнє відбивання;
- проходження променя світла перпендикулярно до поверхні розділу фаз;
- заломлення променя світла на межі розділу двох середовищ.

2. Закінчить визначення: молярна рефракція – це ...

- ... заломлююча здатність, яка зумовлена будовою електронних шарів молекул;
- ... сума атомних рефракцій;
- ... рефракція, яка віднесена до молекулярної ваги;
- ... показник заломлення молярного розчину.

3. Розрахуйте за рівнянням Лорентца-Лоренца молярну рефракцію декана $\text{C}_{10}\text{H}_{22}$, густина якого $0,73 \times 10^3 \text{ кг/м}^3$, $n_D^{20} = 1,412$:

- 45,8;

- 49,9;

- 48,5;

- 49,1.

4. Що відбувається з променем світла при проходженні світла з одного середовища в інше?

- заломлення;
- відбивання;
- поглинання;
- поляризація.

5. Який пристрій в рефрактометрі призначений для усунення дисперсії світла?

- компенсатор;
- окуляр;
- освітлювальна призма;
- заломлююча призма.

Варіант 2.

1. Закінчить вираз: показником заломлення світла називається відношення...

- ... синуса кута падіння променя світла до синуса кута його заломлення;
- ... кута падіння променя світла до кута його заломлення;
- ... синуса кута заломлення променя світла до синуса кута його падіння;
- ... кута заломлення променя світла до кута його падіння.

2. Розрахуйте молярну рефракцію n -пропанолу $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ як суму атомних рефракцій:

- 16,58;

- 17,58;

- 17,08;

- 18,27.

3. Як змінюється показник заломлення при пониженні температури?

- для деяких речовин зростає, для інших – зменшується;
- знижується;
- не змінюється;
- зростає.

4. З наведених виразів вкажіть рівняння Лорентца-Лоренца:

- $R_M = \frac{(n^2 - 1) \times M}{(n^2 + 2) \times d}$;

- $R_M = \frac{(n - 1) \times M}{(n - 2) \times d}$;

- $R_M = \frac{(n - 1) \times M}{(n + 2) \times d}$;

- $R_M = \frac{(n^2 - 1) \times d}{(n^2 + 2) \times M}$.

5. Яку величину вимірюють в рефрактометричному методі аналізу:

- кут обертання площини поляризації;
- оптичну густину;
- показник заломлення;
- інтенсивність відбитого світла.

РАДІОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

В основі радіометричного методу аналізу лежить вимірювання радіоактивного випромінювання, яке виникає внаслідок перетворення одних ядер в інші. При акті розпаду ядра, вивільнюється енергія, яка передається у вигляді випромінювання (α -, β -, γ -випромінювання). Іонізуюче випромінювання має велику енергію, яка здатна віднімати електрони від одних атомів і приєднувати їх до інших атомів з утворенням пар позитивних і негативних іонів. При переході від α - до β - та γ -випромінювання, проникливість випромінювання зростає, а густина іонізація і локальне пошкодження живих тканин зменшується.

До іншого типу радіоактивного розпаду відноситься спонтанне захоплення ядром електрону з K -оболонки, яке викликає характеристичне для даного елемента рентгенівське K -випромінювання.

Швидкість радіоактивного розпаду пропорційна числу ядер нукліду (N):

$\frac{dN}{dt} = \lambda N$, де λ – постійна розкладу. Звідси $N = N_0 \times e^{-\lambda \times t}$ або $A = A_0 \times e^{-\lambda \times t}$, де A – активність в момент часу t , A_0 – активність при $t = 0$.

Для характеристики швидкості радіоактивного розпаду радіонукліду використовують величину періоду напіврозпаду $T_{1/2}$, яка є величиною сталою для даного ізотопу. $T_{1/2}$ – час за який розпадається половина всіх радіонуклідів даного типу в радіоактивному джерелі: $T_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda} = \frac{0,693}{\lambda}$.

Одиницею виміру активності ізотопів в системі СІ є Бекерель ($Bк$). Один Бекерель відповідає одному розпаду в секунду.

Позасистемною одиницею радіоактивності є Кюрі ($Kи$). 1 $Kи$ – це така кількість радіоактивного ізотопу, в якій кожен секунду розпадається $3,7 \times 10^{10}$ атомів, або $2,2 \times 10^{12}$ актів за хвилину. Тобто $1 Kи = 3,7 \times 10^{10} Bк$. Реальна вага речовини, що відповідає 1 $Kи$, сильно відрізняється для довгоживучих і короткоживучих ізотопів.

Іонізуюче випромінювання надзвичайно шкідливе для живих організмів і пошкодження буде тим більше, чим більше енергії воно передає тканинам. Кількість енергії яка передана організму називається дозою.

Кількість енергії випромінювання, яка поглинута одиницею ваги опроміненого тіла називають поглинутою дозою і вимірюється в системі СІ в Греях ($Гр$): $1 Гр = 1 Дж/кг$. Позасистемною одиницею поглинутої дози є рад.

Доза випромінювання, яка одержана за одиницю часу називається інтенсивністю дози. Одиницею еквівалентної (характеризує іонізуючу здатність випромінювання) дози в системі СІ є Зіверт ($Зв$), а ефективної (характеризує чутливість окремих органів людини) – Бер: $1 Зв = 1 Дж/кг = 100 Бер$.

Для виявлення іонізуючого випромінювання використовують різноманітні детектори. Найбільшого поширення набули наступні:

- детектори, які базуються на використанні ефекту Черенкова;
- сцинтиляційні детектори;

- напівпровідникові детектори;
- газові іонізаційні детектори;
- радіографічні детектори.

На практиці використовуються різні радіометричні методи аналізу, а саме: активаційний аналіз, метод ізотопного розбавлення, радіометричне титрування, метод, який базується на прямому вимірюванні природної радіоактивності, Месбауерівська спектроскопія.

Для попередження негативного впливу іонізуючого випромінювання на об'єкти навколишнього середовища, в тому числі і людини, в Україні прийняті Норми радіаційної безпеки України НРБУ-97, які затверджені Постановою головного санітарного лікаря України від 01.12.97 р. № 62. Норми радіаційної безпеки України включають систему принципів, критеріїв, нормативів та правил, виконання яких є обов'язковою нормою в політиці держави щодо забезпечення протирадіаційного захисту людини та радіаційної безпеки.

На Україні діють “Допустимі рівні вмісту радіонуклідів ^{137}Cs і ^{90}Sr у продуктах харчування та питній воді” (ДР-97) які затверджені Наказом Міністерства охорони здоров'я України від 19.08.1997р. №255.

Згідно ДР-97, значення допустимих рівнів вмісту радіонуклідів ^{137}Cs і ^{90}Sr у продуктах харчування та питній воді (Бк/кг, Бк/дм³) наступні ($^{137}\text{Cs}/^{90}\text{Sr}$): хліб, хлібопродукти – 20/5; картопля – 60/20; овочі – 40/20; фрукти – 70/10; м'ясо і м'ясопродукти – 200/20; риба і рибні продукти – 150/35; молоко і молочні – 100/20; яйця(шт.) – 6/2; вода – 2/2; молоко згущене і концентроване – 300/60; молоко сухе – 500/100; свіжі дикоростучі ягоди і гриби – 500/50; сушені дикоростучі ягоди і гриби – 2500/250; лікарські рослини – 600/200; спеціальні продукти дитячого харчування – 40/5; інші продукти – 600/200.

Лабораторна робота № 11. Визначення питомої активності бета-випромінюючих нуклідів в продуктах харчування.

Метод базується на прямому вимірюванні β -активності продуктів харчування за допомогою радіометра бета-випромінювання “Бета”. Радіометричне дослідження харчових продуктів проводиться з метою виявлення випадків радіоактивного забруднення харчових продуктів і попередження можливості реалізації населенню забруднених продуктів харчування.

Природна β -активність продуктів харчування зумовлена, переважно, наявністю в продуктах хімічного елементу калію, який містить 0,0119% бета-активного ізотопу калій-40. Знаючи загальний вміст калію в продуктах харчування можна визначити природну радіоактивність (бета активність природного калію – $7,39 \times 10^{-7} \text{ Ки/кг}$).

В той же час, одним із потенційних забруднювачів харчових продуктів стронцій-90, є також бета-активним. Тому перевищення бета-активності продуктів харчування над природною може свідчити про радіоактивне забрудненість продуктів.

Радіометр “Бета” забезпечує вимірювання питомої активності β -випромінюючих нуклідів в рідких та сипучих пробах в діапазоні від 5×10^{-9} до 1×10^{-6} Ки/кг (Ки/дм³). Номінальна чутливість радіометра по зразковим пробам питомої активності ⁹⁰Sr складає $4,3 \times 10^7$ кг(дм³)/с×Ки з похибкою $\pm 10\%$. Основна похибка вимірювання радіометра при вимірюванні β -активності твердих зразкових джерел ⁹⁰Sr в номінальних зовнішніх умовах і часу вимірювання 1000 с не повинна перевищувати $\pm 25\%$ при довірливій імовірності $P=0,95$.

В якості датчика імпульсів в радіометрі використовується газорозрядний лічильник (СБТ-10).

1. Підготовка до аналізу.

1.1. Підготовка проби.

Всі зразки продуктів харчування перед їх перенесенням в кювети подрібнюють та гомогенізують. Кювету заповнюють пробую до мітки і знаходять вагу проби, яку визначають як різницю між вагою кювети з пробую і пустої кювети. Зважування проводять з точністю до $\pm 0,1$ г.

1.2. Підготовка радіометра “Бета” до роботи.

Підключіть до блоку індикації блок живлення і ввімкніть його в джерело струму ≈ 220 В. Блок детектування вставте у верхній паз свинцевої хатинки і підключіть його до блоку індикації. Включіть блок індикації і встановіть необхідний режим роботи.

2. Проведення вимірювання та розрахунків.

На місце проби встановіть кювету з дистильованою водою і проведіть n вимірювань швидкості рахунку фону $N_{\phi i}$ натискаючи кнопку “Пуск”. Розрахуйте середнє значення швидкості рахунку фону за формулою:

$$N_{\phi} = \frac{\sum_{i=1}^n N_{\phi i}}{n}, \text{ де:}$$

N_{ϕ} – середнє значення швидкості рахунку фонових імпульсів, с⁻¹;

$N_{\phi i}$ – швидкість рахунку фонових імпульсів, яка виміряна при i -ому вимірюванні, с⁻¹;

n – число вимірювань, $n = 3, 4, 5$.

Протягом дня проводять вимірювання фону через кожні 1,5-2 години і одержані значення не повинні відрізнятись більше ніж на 50%.

В свинцеву хатинку поміщають пробу (в кюветі) і проводять n вимірювань швидкості рахунку від проби у вибраному режимі роботи. Розраховують середнє значення швидкості рахунку проби:

$$N = \frac{\sum_{i=1}^n N_i}{n}, \text{ де:}$$

N – середнє значення швидкості рахунку від проби, с⁻¹;

N_i – швидкість рахунку від проби, яка вимірювана при i -ому вимірюванні, s^{-1} ;
 n – число вимірювань, $n = 3, 4, 5$.

Знаходять різницю між середньою кількістю імпульсів проби і фону (X) за формулою:

$$X = N - N_{\phi}$$

Далі знаходять кількість імпульсів в пробі за одну секунду (B) за формулою:

$$B = X / t, \text{ де } t - \text{ час детектування, с.}$$

Знайдена величина B відповідає кількості розпадів в пробі за одну секунду. Звідси знаходимо питому активність проби ($ПА$) за формулою:

$$ПА (Бк/кг) = \frac{B \times 1000}{m}, \text{ де } m - \text{ наважка проби, г.}$$

Якщо необхідно розрахувати питому активність проби в $Kи/кг$, то розрахунки проводять враховуючи, що $1 Ки = 3,7 \times 10^{10} Бк$.

Одержане значення питомої бета-активності проби порівнюють із значеннями природної бета-активності продуктів харчування (табл. 7). Якщо одержане значення питомої бета-активності перевищує значення, які наведені в табл. 7, можна вважати, що проба забруднена бета-активними радіонуклідами (^{90}Sr , тощо).

Можна припустити, що різниця між одержаним значенням питомої бета-активності ($Бк/кг$) і табличним значенням виражає забрудненість продуктів харчування стронцієм-90, яке можна порівняти з даними ДР-97.

Таблиця 7.

Природна бета-активність основних харчових продуктів

Найменування продукту	Загальний вміст калію, мг/кг	β -активність, $Kи/кг$	β -активність, $Бк/кг$
Борошно пшеничне в/г	860	$0,6 \times 10^{-9}$	22,2
Хліб пшеничний 1 гат.	960	$0,7 \times 10^{-9}$	25,9
Крупа гречана	1300	$0,9 \times 10^{-9}$	33,3
Крупа ячнева	2410	$1,8 \times 10^{-9}$	66,6
Крупа вівсяна	3440	$2,5 \times 10^{-9}$	92,5
Рис	700	$0,5 \times 10^{-9}$	18,5
Квасоля	11440	$8,3 \times 10^{-9}$	307,1
М'ясо яловиче	3380	$2,5 \times 10^{-9}$	92,5
М'ясо свине	1690	$1,2 \times 10^{-9}$	44,4
Риба морська	2620	$1,9 \times 10^{-9}$	70,3
Молоко коров'яче	1430	$1,0 \times 10^{-9}$	37,0
Картопля	4490	$3,3 \times 10^{-9}$	122,1
Морква	2870	$2,1 \times 10^{-9}$	77,7
Огірки, томати	3370	$2,5 \times 10^{-9}$	92,5
Шоколад чорний	5630	$4,2 \times 10^{-9}$	155,4

Розглянемо приклад розрахунку забрудненості харчових продуктів: При часі детектування 100 с середня кількість фонових імпульсів складає 110,4. При вимірюванні проби (м'ясо свині вагою 100,0 г) кількість імпульсів складає 1190,7. Знайдемо питому бета-активність проби.

$$X = 1190,7 - 110,4 = 1080,3.$$

$$B = 1080,3 / 100 = 10,803.$$

$$ПА = (10,803 \times 1000) / 100 = 108,03 \text{ Бк/кг.}$$

Максимальна природна бета-активність для свинини складає 44,4 Бк/кг. Тобто проба забруднена бета-активними радіонуклідами. Різниця між одержаним значенням ПА та табличним значенням складає:

$$108,03 - 44,4 = 63,63 \text{ Бк/кг.}$$

Якщо припустити, що одержана різниця відповідає рівню забрудненості проби Sr-90, то при порівнянні одержаного значення із значенням ДР-97 (20 Бк/кг для ^{90}Sr) робимо висновок: **Продукт непридатний для споживання !**

Варіанти програмного контролю знань

Варіант 1.

1. Інтегральну форму закону радіоактивного розпаду можна представити виразом:

- $N_t = N_0 \times e^{-\lambda \times t}$;

- $N_0 = N_t \times e^{\lambda \times t}$;

- $dN/dt = \lambda \times N$;

- свій варіант.

2. При радіометричному титруванні індикаторами служать:

- специфічні індикатори;

- кислотно-основні індикатори;

- радіоактивні ізотопи елементів;

- будь-які індикатори.

3. Як величини $T_{1/2}$ і λ пов'язані з концентрацією речовини:

- залежать від концентрації речовини;

- не залежать від концентрації речовини;

- із збільшенням концентрації збільшуються;

- із зменшенням концентрації збільшуються.

4. Метод ізотопного розбавлення – це метод:

- якісного аналізу;

- кількісного аналізу;

- і якісного і кількісного аналізу.

5. Активність ізотопів в системі *СИ* вимірюється в:

- *Бк* (Беккерелях);

- *Ки* (Кюрі);

- *Гр* (Греях);

- *Бер* (Бер – біологічний еквівалент рентгену).

Варіант 2.

1. Який із природних ізотопів калію є радіоактивним (бета-активність):
 - калій-39;
 - калій-41;
 - калій-40.
2. Метод активаційного аналізу – це метод:
 - якісного аналізу;
 - кількісного аналізу;
 - і якісного і кількісного аналізу.
3. Перевагою аналітичних методів, які базуються на вимірюванні радіоактивного випромінювання є:
 - експресність;
 - низька межа виявлення елемента;
 - автоматизація процесу;
 - відсутність необхідності розкладу проби.
4. Проникливість іонізуючого випромінювання при переході від α - до β - і γ -випромінювання:
 - зростає;
 - падає;
 - не змінюється.
5. Поглинута доза випромінювання, яка одержана живими організмами, в системі *СИ* вимірюється в:
 - *Гр* (Греях);
 - *Бк* (Бекерелях);
 - *Ки* (Кюрі);
 - *рад* (радах).

ЛІТЕРАТУРА

1. Основы аналитической химии /под ред. Золотова Ю.А. Кн.1-2.-М.:Высш.шк., 2000.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. Ч.1-2.-М.:Высш.шк., 1989.
3. Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа.-М.:Высш.шк., 1991.
4. Набиванець Б.Й., Сухан В.В., Калабіна Л.В. Аналітична хімія природного середовища.-К.:Либідь, 1996.
5. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. Оптические методы анализа.-Воронеж: Из-во Воронежского университета, 1989.
6. Плахотин В.Я. Контроль качества пищевых продуктов.-К.:Урожай, 1988.
7. Молочников В.В., Шумкова И.А. Остатки пестицидов в молочных и мясных продуктах и методы их определения.-М.: Пищевая промышленность, 1975.
8. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов.-М.:Изд-во стандартов, 1990.
9. Гаубе П.Р., Баранова А.Г. Практикум по химии воды.-М.: Высш.шк., 1971.

10. ГОСТ 26929-94. Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсических элементов. Введен в действие на Украине с 01.01.1998.
11. ГОСТ 26927-86–ГОСТ 26935-86. Сырье и продукты пищевые: Методы определения токсичных элементов.-М.:Гос.ком. СССР по стандартам, 1986.
13. ГОСТ 30178-96. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов. Введен в действие на Украине с 01.01.1998.
14. ГОСТ 6805-97. Кофе натуральный жареный. Общие технические условия. Введен в действие на Украине 07.03.2000.
15. ГОСТ 4192-82. Вода питьевая. Методы определения минеральных азотсодержащих веществ. Введен в действие на Украине 01.01.1983.
16. ГОСТ 18826-93. Вода питьевая. Методы нитратов. Введен в действие на Украине 01.01.1994.
17. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций паров ртути в воздухе рабочей зоны № 4188-86 от 06.11.1986.
18. ГОСТ 19792-87. Мед натуральный. Технические условия. Введен в действие на Украине 01.01.1987.
19. ГОСТ 5363-93. Водка. Правила приемки и методы испытаний. Введен в действие на Украине 01.01.1995.
20. Методические указания по определению нитратов и нитритов в продукции растениеводства № 5048-89 от 04.07.1989.
21. ГОСТ 14252-93. Вина и виноматериалы. Методы определения титруемых кислот. Введен в действие на Украине 01.01.1994.
22. ГОСТ 9957-93. Колбасные изделия и продукты из свинины, барнины и говядины. Методы определения хлоритого натрия. Введен в действие на Украине 01.07.1994.
23. ГОСТ 5900-93. Кондитерские изделия. Методы определения влаги и сухих веществ. Введен в действие на Украине 01.07.1094.
24. Клисенко М.А., Александрова Л.Г. Определение остаточных количеств пестицидов.-К.:Здоров'я, 1983.
25. Методические указания по определению суммарной радиоактивности пищевых продуктов от 03.02.1984.
26. Чундак С.Ю., Балог Й.С., Базель Я.Р., Задорожна Є.М., Студеняк Я.І., Воронич О.Г., Кормош Ж.О. Методичний посібник до лабораторного практикуму з курсу “Фізико-хімічні методи аналізу”.-Ужгород: Ужгородський держуніверситет,1999.
27. Базель Я.Р., Кормош Ж.О., Тирчо Ю.Б. Практикум з аналітичної хімії для студентів хімічного факультету (хімічні методи аналізу).-Ужгород: Ужгородський держуніверситет,1999.
28. Чмиленко Ф.О., Соболев Л.В. Хімічний контроль якості продуктів харчування. Навчальний посібник. - Дніпропетровськ.: РВВ ДНУ, 2001.
29. Сухарев С.М., Чундак С.Ю., Сухарева О.Ю. Техноекологія та охорона навколишнього середовища: Навчальний посібник для студентів вищих навчальних закладів. – Львів: “Новий Світ-2000”, 2004.

ЗМІСТ

	Стор.
ФОТОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	3
<u>Лабораторна робота № 1.</u> Визначення кофеїну в каві натуральній	4
<u>Лабораторна робота № 2.</u> Визначення діастазного числа в меді натуральному	6
<u>Лабораторна робота № 9.</u> Фотометричні методи визначення шкідливих домішок в горілках	8
<u>Лабораторна робота № 10.</u> Фотометричне визначення феруму в білих винах	11
<i>Варіанти програмного контролю знань</i>	13
ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	17
<u>Лабораторна робота № 18.</u> Визначення вмісту аскорбінової кислоти в фруктових соках	18
<u>Лабораторна робота № 20.</u> Визначення хлориду натрію у ковбасних та м'ясних виробих	19
<u>Лабораторна робота № 21.</u> Визначення вологи в кондитерських виробих	21
<i>Варіанти програмного контролю знань</i>	22
ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	25
<u>Лабораторна робота № 11.</u> Визначення нітратів в рослинах	25
<u>Лабораторна робота № 12.</u> Визначення вмісту титрованих кислот в винах та виноматеріалах	33
<i>Варіанти програмного контролю знань</i>	34
РЕФРАКТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД АНАЛІЗУ	36
<u>Лабораторна робота № 13.</u> Визначення сахарози в прозорих сиропих	37
<u>Лабораторна робота № 14.</u> Визначення жиру в вершковому маслі	39
<i>Варіанти програмного контролю знань</i>	40
РАДІОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	43
<u>Лабораторна робота № 22.</u> Визначення питомої активності бета-випромінюючих нуклідів в продуктах харчування	44
<i>Варіанти програмного контролю знань</i>	47
ЛІТЕРАТУРА	48
ЗМІСТ	50