

Министерство сельского хозяйства Российской Федерации
Красноярский государственный аграрный университет

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ
ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Лабораторный практикум

Красноярск 2011

*Рецензент**Величко Н.А., д-р техн. наук, проф. КрасГАУ*

Составитель Поддубных Л.П.

Поддубных Л.П. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа: лаборатор. практикум /Л.П. Поддубных; Краснояр. гос. аграр. ун-т. – Красноярск, 2011. – 56 с.

В лабораторном практикуме изложены основные теоретические вопросы физико-химических методов анализа, методики выполнения лабораторных работ и краткие теоретические сведения к ним. Содержатся правила выполнения и оформления лабораторных работ, рекомендации по обработке результатов анализа, требования по выполнению правил работы в аналитической лаборатории и технике безопасности.

Предназначено для студентов технологических специальностей Института агробизнеса пищевой и перерабатывающей промышленности.

Печатается по решению редакционно-издательского совета
Красноярского государственного аграрного университета

ВВЕДЕНИЕ

Все методы количественного анализа основаны на изучении свойств вещества, связанных с концентрацией определенной зависимостью. В так называемых классических методах аналитической химии (гравиметрическом и титриметрическом) в качестве таких свойств используются масса вещества и объем раствора. Однако вещество обладает совокупностью многих свойств, оно может поглощать и излучать свет, подвергаться радиоактивному распаду, проводить электрический ток и т.п. Поэтому классические методы постепенно уступают место инструментальным.

Использование различных физических и физико-химических свойств вещества в аналитических целях лежит в основе физико-химических методов анализа. Эти методы обладают многими существенными достоинствами: высокая чувствительность, которая позволяет легко проводить определения при очень малом содержании компонента, экспрессность, экономичность, универсальность, возможность автоматизации. Все эти достоинства открывают перед физико-химическими методами самые широкие перспективы применения их в производстве, медицине, технике и науке.

Исключительное значение эти методы имеют для решения таких важных задач, как улучшение качества продуктов питания, лекарств, повышение эффективности производства, охрана окружающей среды, очистка питьевых и сточных вод, препаратов, получение продуктов высокой степени чистоты.

В настоящее время существует категория специалистов, выполняющих анализы не постоянно, а по ходу другой деятельности. Это может быть медик-клиницист, агрохимик, геолог, почвовед, технолог. Эти специалисты должны быть знакомы с аналитической службой, обеспечивающей анализ определенных объектов с использованием методов, рекомендуемых аналитической химией. Специалист-практик должен уметь делать серийные анализы творчески, с современных научных позиций, самыми подходящими методами и средствами. Именно для подготовки таких специалистов и предназначено данное издание.

Лабораторный практикум составлен в соответствии с программой курса «Аналитическая химия» для студентов технологических специальностей. В практикуме содержатся разделы, соответствующие

рабочей программе, посвященные изучению физико-химических методов анализа, на которых в основном базируется современная аналитическая химия. В эту часть вошли лабораторные работы по оптическим, электрохимическим и хроматографическим методам анализа. Для облегчения восприятия материала перед каждым разделом имеется краткая теоретическая часть, а перед каждой лабораторной работой теоретическое обоснование, содержащие необходимые сведения для осмысленного выполнения работы.

Цель лабораторного практикума – способствовать приобретению студентами основных навыков по технике химического эксперимента и исследовательской работе, стремлению студентов к самостоятельной деятельности, умению проводить наблюдения и делать логические выводы по результатам анализа, что будет необходимо в их практической деятельности.

Лабораторный практикум позволит сформировать у студентов понимание логической завершенности теоретического и практического циклов всего курса изучения аналитической химии.

ПРАВИЛА РАБОТЫ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

При работе в лаборатории студент должен соблюдать следующие правила:

1. Содержать свое рабочее место в чистоте и порядке. Посуду мыть содовым раствором с помощью ерша, затем промывать водопроводной и дистиллированной водой.
2. Быть внимательным при выполнении аналитических операций. Во избежание ошибок пробирки и склянки с реактивами нужно снабжать этикетками, указывающими на их содержимое.
3. Отработанные растворы солей серебра и органические растворители собирать в специальные склянки.
4. Строго соблюдать правила техники безопасности при работе с концентрированными растворами кислот и щелочей. При попадании на кожу кислоты или щелочи пораженное место обмывают большим количеством воды под краном. Остатки кислот, если необходимо, нейтрализуют раствором соды, а остатки щелочи – раствором уксусной кислоты.
5. Все реакции, сопровождающиеся выделением дыма или газов, проводить под тягой.
6. Нюхать вещества осторожно, не наклоняясь над сосудом, а легким

движением ладони направлять струю воздуха от сосуда к себе.

7. Запрещается оставлять без присмотра работающие установки с включенными электроприборами.

8. Не допускается использование приборов с открытой спиралью.

9. Особую осторожность соблюдать при работе с центрифугой. Центрифугирование проводят в центрифужной пробирке, помещая ее в специальное гнездо. Для противовеса в другое гнездо помещают такую же пробирку с водой. Центрифугирование проводят в течение 1-2 мин обязательно при закрытой крышке (крышку нельзя снимать до полной остановки гнезд).

10. Запрещается проводить в лаборатории работы, не связанные с выполнением порученных заданий.

11. Запрещается хранить и принимать пищу в помещении химической лаборатории.

12. При работе в химической лаборатории следует пользоваться халатами.

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ И ВЕДЕНИЮ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА

Для получения допуска к выполнению лабораторной работы необходимо изучить ее содержание. Следует ознакомиться с относящимся к работе оборудованием, изучить материал, изложенный в методических указаниях, и получить разрешение преподавателя. По окончании работы необходимо убрать рабочее место, сдать лаборанту в чистоте и сохранности приборы и посуду.

Основным отчетным документом студента является лабораторный журнал, в который записываются все результаты работы студента в лаборатории. При выполнении отчета необходимо указать название и цель работы, изложить теоретические основы методов, применяемых в работе, представить таблицы полученных результатов, построить необходимые графики, провести все необходимые расчеты и сделать письменные выводы.

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Потенциометрия основана на измерении потенциала, возникающего между электродом и раствором, величина которого зависит от количества (концентрации) или качества (природы) определяемого компонента. Такой электрод называют индикаторным. Таким образом, потенциал электрода в потенциометрии – аналитический сигнал.

Выделяют две группы методов потенциометрии, различающиеся природой используемых индикаторных электродов и электрохимической реакцией на них:

1. Редоксметрия (классическая потенциометрия) с использованием электродов с электронным типом проводимости. Возникающий при этом потенциал подчиняется уравнению Нернста

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln a_{Me}^{n+},$$

где R – универсальная газовая постоянная, 8,31 Дж/моль;

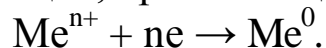
T – температура, К;

F – число Фарадея, 96500 Кл/моль;

n – число электронов, участвующих в редокс-процессе;

a_{Me}^{n+} – активность потенциалопределяющих ионов.

Электрохимическая реакция, протекающая на электроде:



Частный случай редоксметрии – потенциометрическое титрование.

2. Ионметрия – разновидность потенциометрии, где в качестве индикаторных электродов используются электроды с ионным типом проводимости – мембранные ионселективные электроды (ИСЭ), потенциал которых возникает вследствие обмена ионами мембраны с раствором и подчиняется уравнению Никольского

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln (a_i - K_{ij} \cdot a_j),$$

где E^0 – условный стандартный потенциал;

a_i – активность определяемых ионов i ;

a_j – активность мешающих j -ионов;

K_{ij} – коэффициент селективности.

Знак «+» ставится при расчетах потенциалов катионоселективных электродов, знак «-» – анионоселективных.

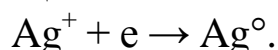
Метод характеризуется сравнительно невысокой точностью определения. Потенциал измеряется на приборах с точностью ± 1 мВ, что соответствует погрешности определения концентрации однозарядных ионов $\pm 4\%$.

Концентрации многозарядных ионов определяются с еще большими погрешностями. Другим ограничением является пропорциональность величины потенциала логарифму активности, а не концентрации, переход к концентрации затруднителен. Существующие приемы ионометрических измерений направлены на преодоление указанных ограничений.

Электроды в потенциометрии

Согласно электрохимическим реакциям электроды, используемые в потенциометрии, различают по роду. Электроды 1-го рода обратимы относительно собственных ионов, а их потенциал – функция активности этих ионов в растворе. Например, серебряный электрод: $\text{Ag}|\text{Ag}^+$.

Электрохимическая реакция:



Электрод активен и сам принимает участие в обмене электрона.

Потенциал такого электрода подчиняется уравнению Нернста

$$E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} = E^0_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} + \frac{RT}{nF} \cdot \ln a_{\text{Ag}^+}.$$

К этой группе электродов относят и индифферентные электроды, например, платиновый. Платина в раствор ионов не поставляется, а выступает лишь переносчиком электронов от окислителя к восстановителю в растворе.

Электроды первого рода используют при измерении потенциала в качестве индикаторных.

Электрод 2-го рода – это металл, находящийся в равновесии с его малорастворимой солью. Например, хлоридсеребряный электрод $\text{Ag}|\text{AgCl}|\text{Cl}^-$. Электрохимическая реакция: $\text{AgCl} + e \rightarrow \text{Ag}^0 + \text{Cl}^-$. Потенциал такого электрода зависит от активности аниона соли, хотя сами анионы при этом не окисляются и не восстанавливаются:

$$E_{\text{AgCl}/\text{Ag}, \text{Cl}^-} = E^0 - \frac{RT}{nF} \cdot \ln a_{\text{Cl}^-}.$$

Потенциалы электродов 2-го рода хорошо воспроизводимы и устойчивы. Такие электроды используют в качестве электродов сравнения.

Потенциометрическое титрование

В основе метода лежит вариант классического титрования, но не с индикаторной, а с потенциометрической индикацией точки эквивалентности с помощью индикаторного и вспомогательного электродов.

Гальванический элемент, составленный из индикаторного ионселективного электрода и вспомогательного хлоридсеребряного электрода сравнения, может быть представлен схемой:

Ag, AgCl, KCl	Исследуемый раствор	Мембрана	Стандартный раствор	KCl, AgCl, Ag
Вспомогательный электрод				Вспомогательный электрод
Ионселективный электрод				

Потенциометрическая ячейка для измерения потенциала с ионселективным электродом в качестве индикаторного представлена на рис. 1.

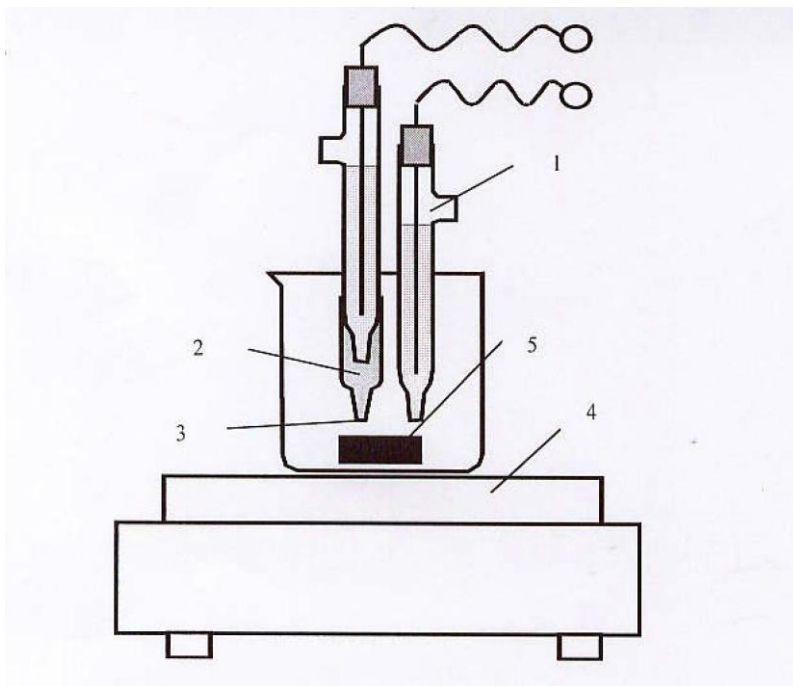


Рис. 1. Схема установки для измерения потенциала с ионселективным электродом: 1 – вспомогательный электрод ЭВЛ-1МЗ; 2 – наконечник ионселективного электрода; 3 – жидкая мембрана; 4 – магнитная мешалка; 5 – магнит

Методика потенциометрического титрования

В стакан для титрования емкостью 50-100 мл переносят пипеткой аликвотную часть испытуемого раствора. Прибавляют необходимые реагенты и погружают в раствор электроды. Если уровень раствора мал и электроды недостаточно погружены в раствор, добавляют нужное количество воды (или другого растворителя), включают мешалку и титруют, записывая показания прибора. Целесообразно первое титрование выполнить ориентировочно, прибавляя титрант порциями по 1-2 мл.

Результаты измерений помещают в таблицу, где наряду с исходными данными вносят и данные для расчетов по дифференциальным кривым (табл.).

Таблица 1

Результаты потенциометрического титрования

V, мл	E, мВ	ΔV_i	ΔE_i	$\frac{\Delta E_i}{\Delta V_i}$	$\Delta^2 E = \Delta E_{i+1} - \Delta E_i$	$\frac{\Delta^2 E}{\Delta V^2} \cdot 10^{-2}$
1	2	3	4	5	6	7

Для построения интегральной кривой используются данные столбцов 1 и 2, для построения дифференциальной кривой – столбцов 1 и 5, для построения кривой второй производной – столбцов 1 и 7.

Построив график зависимости E от объема титранта, находят положение скачка титрования и при повторном титровании вначале добавляют титрант относительно большими порциями (2-5 мл), а вблизи скачка титрант добавляют по 0,1-0,05 мл или даже по одной капле. Точке эквивалентности соответствует область максимального скачка потенциала, максимум первой производной от потенциала по объему титранта или момент резкого падения второй производной. Графическое нахождение точки эквивалентности показано на рис. 2.

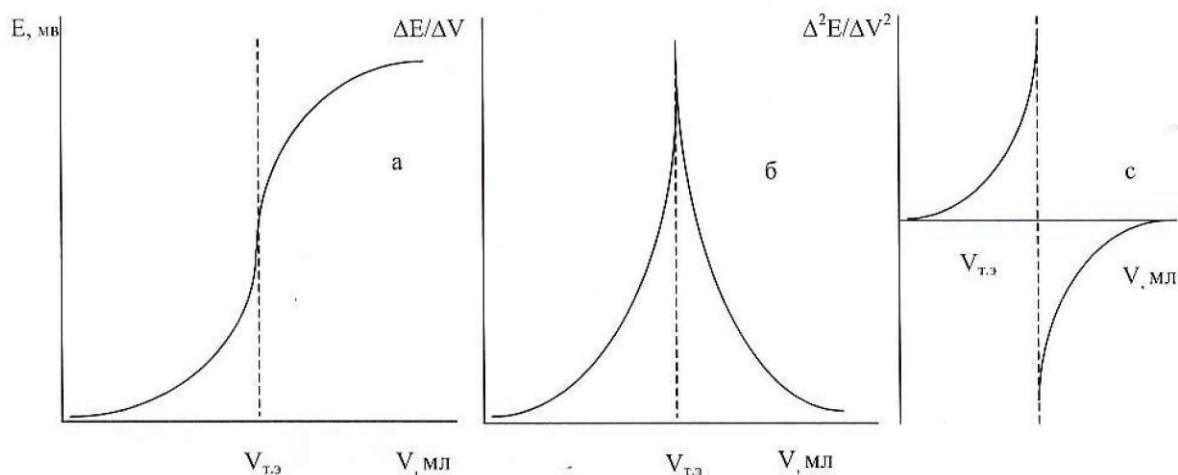


Рис. 2. Нахождение эквивалентного объема титранта по кривым потенциометрического титрования: а – интегральная кривая титрования; б – график первой производной от потенциала по объему; в – график второй производной

Расчет результатов потенциометрического титрования проводят так же, как в классической титриметрии.

Лабораторная работа № 1

Определение концентрации хлороводородной кислоты

Цель работы: освоить методику потенциометрического титрования.

Определение основано на титровании водного раствора хлороводородной кислоты раствором щелочи с потенциометрической индикацией точки эквивалентности.

В основе метода лежит кислотно-основное равновесие



Для обнаружения точки эквивалентности в качестве индикаторного электрода используют стеклянный электрод, обратимый относительно ионов водорода.

Приборы, посуда и реактивы
 иономер ЭВ-74;
 стеклянный электрод типа ЭСЛ 63-07;
 хлоридсеребряный электрод типа ЭВЛ-1МЗ;
 бюретка вместимостью 25 мл;
 мерные пипетки вместимостью 10 мл, 20 мл;

сосуд для титрования;
 гидроксид натрия, 0,1 н раствор;
 анализируемый раствор хлороводородной кислоты;
 магнитная мешалка.

Выполнение работы

Бюретку заполняют раствором NaOH. В ячейку для титрования пипеткой отбирают пробу анализируемого раствора HCl (10 мл), опускают в раствор электроды – стеклянный и хлоридсеребряный. Направляют «носик» бюретки в ячейку так, чтобы титрант попал строго в титруемый раствор. В соответствии с инструкцией настраивают иономер: переключатель «Род работ» должен находиться в положении рН, а переключатель температуры – на значении, соответствующем температуре раствора. Приступают к титрованию, выполняя первый опыт ориентировочно для нахождения области рН, в которой проявляется скачок потенциала. Значения рН измеряют по шкале в широком диапазоне от 1 до 14 рН. Титрант добавляют по 1,0 мл, тщательно перемешивают после каждой добавленной порции и записывают рН по шкале прибора. Титрование продолжают до постоянства рН. Результаты измерений ориентировочного титрования заносят в таблицу:

Номер опыта	V_{NaOH} , мл	рН

По результатам измерений строят интегральную кривую титрования в координатах: рН – V_{NaOH} , мл. По ней устанавливают скачок потенциала и ориентировочно определяют точку эквивалентности. Затем проводят точное титрование, измеряя величину рН в более узком диапазоне. Вблизи точки эквивалентности титрант вводят малыми порциями (0,1 мл). Результаты измерений записывают в таблицу:

Номер	V, мл	ΔV	рН	ΔpH	$\Delta \text{pH}/\Delta V$

ΔpH рассчитывают как разность между двумя измерениями $\Delta \text{pH} = \text{pH}_2 - \text{pH}_1$; $\Delta V = V_2 - V_1$ – разность объемов титранта, соответствующих значениям pH_2 и pH_1 . По результатам измерений строят дифференциальную кривую титрования в координатах $\Delta \text{pH}/\Delta V - V$ и находят объем раствора NaOH, затраченного на титрование анализи-

руемого раствора.

Рассчитывают массу HCl, мг (или нормальную концентрацию HCl) по закону эквивалентов:

$$C_{HCl} \cdot V_{HCl} = C_{NaOH} \cdot V_{NaOH},$$

$$m(HCl) = C_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot M_{HCl}$$

где C_{NaOH} – нормальная концентрация NaOH;

V_{NaOH} – объем NaOH, затраченный на титрование;

V_{HCl} – объем HCl, взятый для титрования;

M_{HCl} – молярная масса эквивалента HCl.

Лабораторная работа № 2

Определение кислотности хлеба или муки

Цель работы: использование метода потенциометрического титрования для определения кислотности муки и хлебобулочных изделий.

Кислотность муки и изделий из нее – важный показатель в хлебопекарном производстве, так как он позволяет судить о возрасте и свежести муки, и соответственно о качестве продуктов. Повышенная кислотность свидетельствует о длительном хранении муки в неблагоприятных условиях (высокая температура, влажность).

Кислотность является важнейшим показателем качества хлебобулочных изделий. Кислоты (молочная, уксусная, янтарная, муравьиная, винная, лимонная, аминокислоты) способствуют изменению электростатического взаимодействия молекул белка, их набуханию, пептизации, увеличению гидрофильности, уменьшению объема жидкой фазы в тесте и улучшению его физических свойств, а также существенно изменяют вкусовые качества изделий.

Различают истинную (активную) и общую (титруемую) кислотность. Истинная кислотность – это концентрация ионов водорода. Общая кислотность характеризуется суммарным содержанием кислот и измеряется в градусах.

Градус кислотности – это объем 1 см³ раствора гидроксида натрия с концентрацией $C = 1$ моль/дм³, необходимого для нейтрализации кислот, содержащихся в 100 г мякиша изделия.

В зависимости от сорта муки, используемой для приготовления хлеба, кислотность не должна превышать значений, представленных в таблице 1.

Допустимые значения кислотности хлебобулочных изделий

Наименование группы хлеба	Кислотность, град
Хлеб из ржаной муки	9,0-12,0
Хлеб из муки обойной и смеси обойной и второго сорта	4,5-8,0
Хлеб из муки второго сорта и смеси второго и первого сорта	3,5-4,0
Хлеб из муки первого сорта	3,0-4,0
Хлеб из муки высшего сорта	2,5-3,0

Кислотность хлеба обычно определяется согласно ГОСТ 5670-96 методом кислотно-основного титрования.

В основе данного метода определения кислотности лежит кислотно-основное титрование с потенциометрической индикацией точки эквивалентности. По результатам титрования рассчитывают кислотность образца муки (К, град).

Приборы, посуда и реактивы
 иономер ЭВ-74 или рН-150М;
 стеклянный электрод типа ЭСЛ 63-07;
 хлоридсеребряный электрод типа ЭВЛ-1МЗ;
 бюретка вместимостью 25 мл;
 мерная пипетка вместимостью 25 мл;
 мерный цилиндр вместимостью 250 мл;
 коническая колба с пробкой вместимостью 250-300 мл;
 воронка диаметром 10 см;
 стеклянная палочка;
 гидроксид натрия, 0,1 н раствор;
 технические весы;
 сосуд для титрования;
 магнитная мешалка;
 марля медицинская.

Выполнение работы

При определении кислотности хлеба отбирают навеску его мякиша ($25,0 \pm 0,1$ г) на технических весах, переносят ее в коническую колбу, добавляют 50 мл дистиллированной воды и растира-

ют стеклянной палочкой до однородной массы. К полученной смеси приливают 250 мл воды, колбу закрывают пробкой, встряхивают 2 мин и выдерживают 10 мин. Встряхивание и отстаивание повторяют. Верхний слой жидкости сливают и фильтруют через марлю в сухой химический стакан.

Для титрования отбирают 20 мл фильтрата в сосуд для титрования и помещают в него систему электродов. Бюретку заполняют титрованным раствором NaOH. Вначале проводят ориентировочное титрование, добавляя титрант по 1 мл, устанавливая точку эквивалентности по резкому измерению величины рН. В тех же условиях выполняют точное титрование экстракта, добавляя титрант в области скачка рН по 0,1 мл. По полученным данным строят интегральную (рН – V) и дифференциальную ($\Delta\text{pH}/\Delta V - V$) кривые титрования и находят по ним объем NaOH, затраченный на титрование экстракта. Кислотность K (град) рассчитывают по формуле

$$K = (C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{э}} \cdot 100) / (V_{\text{н}} \cdot m),$$

где C_{NaOH} – концентрация титранта, н;

V_{NaOH} – объем титранта, мл;

$V_{\text{э}}$ – объем экстракта с учетом добавленной воды, мл;

m – масса навески хлеба, г;

$V_{\text{н}}$ – объем пробы, взятой для титрования;

100 – коэффициент пересчета на 100 г продукта.

По аналогичной методике может быть определена и кислотность муки. Для ее определения отбирают навеску массой 5,0 г; добавляют 50,0 мл воды, а время настаивания увеличивают до 40 мин.

Лабораторная работа № 3

Определение кислотности пива, вина или сока

Цель работы: использовать методику потенциометрического титрования для определения кислотности напитков.

Определение кислотности напитков играет большую роль в их технологии. По величинам кислотности на всех этапах производства можно судить о качестве сырья и продукции, о режиме их хранения.

Общая кислотность указанных продуктов обуславливается присутствием сильных и слабых кислот (винная, лимонная, яблочная, уксусная), а также их кислых солей. Общая кислотность может быть определена методом кислотно-основного титрования с индикаторной

или потенциометрической индикацией точки эквивалентности. Последний вариант предпочтительнее, так как позволяет проводить определение кислотности в мутных и окрашенных растворах.

Приборы, посуда и реактивы
 иономер ЭВ-74 или рН-150М;
 стеклянный электрод типа ЭСЛ 63-07;
 хлоридсеребряный электрод типа ЭВЛ-1МЗ;
 бюретка вместимостью 25 мл;
 мерные пипетки вместимостью 10 мл, 20 мл;
 сосуд для титрования;
 магнитная мешалка;
 гидроксид натрия, 0,1 н раствор;
 анализируемые образцы вина, сока, пива.

Выполнение работы

Аналізу образца предшествует операция устранения из него диоксида углерода. С этой целью аликвоту, отобранную для титрования, разбавляют дистиллированной водой, нагревают почти до кипения, охлаждают и приступают к титрованию. Объем аликвоты в зависимости от природы анализируемого образца может составлять 10 – 25 мл. Ее отбирают в сосуд для титрования, погружают систему электродов и при постоянном перемешивании титруют 0,1 н. раствором едкого натра. Сначала выполняют ориентировочное титрование, по его результатам строят интегральную кривую рН – V, мл, из которой находят область рН, в которой проявляется точка эквивалентности. Затем проводят точное титрование, добавляя титрант вблизи точки эквивалентности по 0,1 мл или даже по каплям, и строят дифференциальную кривую ($\Delta\text{pH}/\Delta V - V$), по которой и находят объем титранта, израсходованный на титрование.

Кислотность напитка K (мл 1 н раствора NaOH на 100 мл напитка) рассчитывают по формуле

$$K = (C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot 100) / V_n \quad .$$

где V_n – объем пробы, мл;

C_{NaOH} – концентрация титранта;

V_n – объем титранта;

100 – коэффициент пересчета на 100 мл образца.

Лабораторная работа № 4

Определение активной кислотности мучной болтушки

Важным показателем качества муки является кислотность. Она характеризует сорт и свежесть муки, влияет на вкус и запах хлеба. Кислотность муки зависит от кислотности зерна, активности ферментов, а также сроков и условий хранения. В муке низких сортов содержится больше жира, фосфора и ферментов, а потому кислотность ее больше, чем кислотность муки высших сортов. При хранении кислотность муки увеличивается.

В практике хлебопечения кислотность муки характеризуется показателем – общая кислотность, которая отображает общее содержание содержащихся в ней кислот и выражается в градусах. Мука нормального качества имеет следующие показатели кислотности (в градусах):

мука пшеничная высшего сорта	– 3,0;
мука пшеничная 1 сорта	– 3,5;
мука пшеничная 2 сорта	– 4,5;
мука ржаная	– 4,0-5,5.

Активная кислотность муки характеризуется показателем рН и находится в пределах 5,8-6,3.

Цель работы: освоить методику определения рН растворов и оценить активную кислотность различных сортов муки.

Приборы, посуда и реактивы

иономер ЭВ-74 или рН-150М;
электроды – хлоридсеребряный (сравнения) и стеклянный (индикаторный);
технохимические весы;
стакан вместимостью 100 мл – 1 шт.;
стакан вместимостью 50 мл – 1 шт.;
мерный цилиндр вместимостью 50 мл – 1 шт.;
стеклянная палочка.

Выполнение работы

1. Включить рН-метр в электросеть и прогреть в течение 30 мин.
2. Настроить шкалу рН по буферному раствору с рН 4,01 и 6,86.
3. Электроды промыть дистиллированной водой и осушить их фильтровальной бумагой.

4. Погрузить электроды в стакан на 50 мл со стандартным буферным раствором; переключатель «Вид работ» установить в положение рН, переключатель пределов измерения установить на диапазон рН 2 ÷ 14. Рукояткой «Настройка по буферному раствору» установить стрелку шкалы на значение рН используемого буферного раствора и проверить устойчивость показаний в диапазоне рН 2 ÷ 14.
 5. Вылить буферный раствор, промыть электроды и стакан дистиллированной водой.
 6. Взвесить 5 г муки с точностью до 0,01г, высыпать в химический стакан емкостью 100 мл и прилить 50 мл дистиллированной воды для пшеничной муки и 100 мл для ржаной. Содержимое энергично перемешивать в течение 5 минут стеклянной палочкой.
 7. Болтушку перелить в стакан емкостью 50 мл и настоять в течение 10 минут.
 8. Погрузить электроды в стакан, переключатель «пределы измерений» установить на диапазон измерения рН 2 ÷ 6.
- Результаты измерения занести в таблицу.

Сорт муки	рН			рН _{средн}
	1	2	3	

9. После окончания работы электроды необходимо тщательно промыть и опустить в стакан с дистиллированной водой.
10. Сопоставить полученные значения рН для муки разного сорта и сделать вывод о кислотности муки.

Лабораторная работа № 5

Определение нитрат-ионов и нитратного азота методом потенциометрии с ионселективным электродом

Цель работы: освоить методику потенциометрического определения нитрат-ионов потенциометрическим методом с ионселективными электродами.

Потребность определения нитрат-ионов в разнообразных продуктах окружающей среды необычайно велика. Так количество нитратов, присутствующее в почве или грунтовой воде, является показателем удобренности почвы. Однако чрезмерное внесение удобрений нежелательно: они попадают в водоемы, растения, жи-

вые организмы, с сельскохозяйственными продуктами в организм человека. Содержание нитрат-ионов в объектах окружающей среды строго определено величинами предельно-допустимых концентраций (ПДК) (табл. 2).

Таблица 2

Предельно-допустимые концентрации нитрат-ионов в овощах

Объект исследования	ПДК, мг/кг; мг/л
Капуста белокочанная	500,0
Картофель	250,0
Морковь	300,0
Томаты	250,0
Огурцы грунтовые	300,0
Свекла	1400,0
Лук зеленый	600,0
Лук репчатый	80,0
Перец сладкий	200,0
Кабачок	400,0
Дыни	90,0
Яблоки, груши, виноград	60,0

Определение нитратов в биологических объектах является сложной аналитической задачей, на выполнение которой затрачивается большое количество времени. Применение ионселективных электродов, чувствительным элементом которых является мембрана, содержащая нитратную соль четвертичного аммонийного основания – тетрадециламмония, либо жидкостного нитрат-селективного электрода на основе ионного ассоциата нитрат-иона с кристаллическим фиолетовым облегчает решение поставленной задачи. Определению нитрата не мешают: молярный избыток хлорида, фторида и сульфата, 500-кратный – гидрокарбоната и ацетата. Постоянную ионную силу исследуемых растворов создают введением алюмокалиевых квасцов.

Приборы, посуда и реактивы

иономер ЭВ-74;

нитратселективный пластифицированный электрод типа

ЭМ-NO₃-01;

хлоридсеребряный электрод сравнения типа ЭВЛ-1МЗ;
 магнитная мешалка;
 мерные колбы вместимостью 100 мл – 5 шт.;
 пипетка вместимостью 10 мл;
 стаканы вместимостью 50 мл;
 нитрат калия, х.ч., 1М раствор;
 алюмокалиевые квасцы, 1% раствор.

Выполнение работы

Построение градуировочного графика для потенциометрического определения нитрат-ионов

В мерных колбах вместимостью 100 мл методом последовательного разбавления 1М раствора нитрата калия готовят серию стандартных растворов с концентрациями 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} , 10^{-5} М. Для этого в первую колбу отбирают пипеткой 10 мл исходного стандартного раствора нитрата калия (1М), доводят до метки раствором алюмокалиевых квасцов, обеспечивающих постоянство ионной силы раствора, и перемешивают. Последующие растворы готовят аналогичным образом, разбавляя аликвоту (10 мл) предыдущего раствором алюмокалиевых квасцов.

С помощью нитратселективного и хлоридсеребряного электродов поочередно измеряют потенциалы подготовленных эталонных растворов, переходя от меньшей концентрации к большей и ополаскивая стакан и электроды очередным раствором. Измерения повторяют несколько раз и усредняют значение потенциала для каждого раствора серии. Результаты измерений заносят в таблицу

$C_{NO_3^-}$, М	$pC_{NO_3^-} - \lg C_{NO_3^-}$	Е, мВ	$E_{ср}$, мВ

Для определения содержания нитрата строят градуировочный график в координатах $E - pC_{NO_3^-}$. По градуировочному графику может быть определено содержание нитратов и нитратного азота в различных образцах.

Лабораторная работа № 6

Определение нитратного азота в техническом образце, почве и сточных водах, в сельскохозяйственных продуктах

Цель работы: освоить методику определения нитрат-ионов в различных объектах потенциометрическим методом с ионселективными электродами.

Приборы, посуда и реактивы
 иономер ЭВ-74;
 нитратселективный пластифицированный электрод типа ЭМ- NO₃-01;
 хлоридсеребряный электрод сравнения типа ЭВЛ-1МЗ;
 магнитная мешалка;
 мерные колбы вместимостью 100 мл;
 пипетка вместимостью 10 мл;
 стаканы вместимостью 50 мл;
 нитрат калия, х.ч., 1М раствор;
 алюмокалиевые квасцы, 1% раствор.

Выполнение работы

Для определения содержания нитрат-ионов в техническом образце отбирают его навеску (0,1000 г) на аналитических весах, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Приготовленный раствор переносят в сосуд для измерения потенциала, погружают в него пару электродов – нитратный ионселективный и хлоридсеребряный и измеряют потенциал. Используя градуировочный график, по величине потенциала исследуемого раствора определяют концентрацию нитрат-ионов в растворе и рассчитывают содержание нитрата в анализируемом образце (X, %) по формуле

$$X = C \cdot V \cdot M_{NO_3^-} \cdot 100/1000 \cdot g,$$

где C – концентрация NO₃⁻ определяемая из градуировочного графика, моль/л;

V – вместимость мерной колбы, мл;

$M_{NO_3^-}$ – молярная масса нитрат-иона;

g – навеска технического образца, г.

При определении нитратного азота в воде измерение потенциала проводят без предварительной подготовки пробы и без ее разбавления. Содержание нитратного азота (X , мг/л) рассчитывают по формуле

$$X = C_{NO_3^-} \cdot 14 \cdot 1000.$$

Величину $C_{NO_3^-}$ рассчитывают из выражения $pC_{NO_3^-} = -\lg C_{NO_3^-}$, где pC – величина, найденная по градуировочному графику.

Для анализа почвы отбирают навеску 20 г, заливают ее в стакане вместимостью 50 мл 1% раствором алюмокалиевых квасцов и перемешивают в течение трех минут (вручную стеклянной палочкой или на магнитной мешалке). Для каждого испытуемого образца готовят несколько проб, измеряют с помощью нитрат-селективного электрода потенциал пробы почвы (соотношение почвы и раствора квасцов 1:2,5), по градуировочному графику находят величину $pC_{NO_3^-}$. Содержание нитратного азота в почве выражают в мг на 1 кг почвы. Эту величину находят из табл. 3 по найденной экспериментально величине $pC_{NO_3^-}$.

Таблица 3

Расчет содержания нитратного азота по величине $pC_{NO_3^-}$

$pC_{NO_3^-}$	X , мг/кг	$pC_{NO_3^-}$	X , мг/кг	$pC_{NO_3^-}$	X , мг/кг
2,6	87,1	3,2	21,9	3,8	5,5
2,7	69,2	3,3	17,4	3,9	4,4
2,8	55,0	3,4	13,8	4,0	3,5
2,9	43,6	3,5	11,0	4,1	2,8
3,0	34,7	3,6	8,7	4,2	2,2
3,1	27,5	3,7	6,9	4,3	1,7

Аналізу овощей и другой растительной продукции предшествует их подготовка. Анализируемые образцы моют водой, высушивают фильтровальной бумагой и измельчают на терке. В качестве экстрагента нитрат-ионов используют раствор алюмокалиевых квасцов (1%) при соотношении растительной массы к объему раствора 1:4 для влажных материалов и 1:100 для сухих. Алюмокалиевые квасцы обеспечивают постоянство ионной силы раствора.

Навеску измельченного образца массой 12,5 г смешивают с 50 мл 1%-го раствора алюмокалиевых квасцов, дают настояться в

течение часа, изредка помешивая стеклянной палочкой (можно использовать магнитную мешалку). Для каждого образца готовят несколько параллельных проб. Через час отбирают 10 мл приготовленного экстракта и с помощью нитрат-селективного электрода измеряют потенциал, находят по градуировочному графику соответствующую величину $pC_{NO_3^-}$. Зная $C_{NO_3^-}$ ($-\lg C_{NO_3^-} = pC_{NO_3^-}$), рассчитывают содержание нитрат-ионов в образце (X , мг/кг) по формуле

$$X = C_{NO_3^-} \cdot 62 \cdot 4 \cdot 1000, \text{ мг/кг},$$

где 62 – молярная масса нитрат-иона.

Лабораторная работа № 7

Определение концентрации Ca^{2+} , Mg^{2+} и жесткости воды методом прямой потенциометрии с ионселективными электродами

Общая жесткость воды определяется концентрацией в ней катионов щелочноземельных металлов, прежде всего кальция и магния. Последние попадают в воду вследствие взаимодействия диоксида углерода с карбонатными минералами, а также в результате биохимических процессов в почве.

Тестируемым методом определения общей жесткости воды (в мг-экв/л) является метод комплексонометрического титрования. Обычно природные воды имеют жесткость от 0,05 до 10 ммоль-экв/л, что соответствует $[M^{2+}] = 2,5 \cdot 10^{-5} - 10^{-2} M$, соответственно $pM = 4,6 - 2,0$.

В настоящем пособии предлагается потенциометрический метод определения концентрации Ca^{2+} , Mg^{2+} и жесткости воды с использованием кальций и магнийселективных электродов и метода градуировочного графика.

Цель работы: освоить методику потенциометрического определения с использованием ионселективных электродов.

Оборудование, посуда, реактивы
 иономер ЭВ-74;
 хлоридсеребряный электрод типа ЭВЛ-1МЗ;
 кальцийселективный электрод типа ЭМ-Са-01;
 магнийселективный электрод типа ЭМ-Mg-01;
 магнитная мешалка;
 мерные колбы вместимостью 100 мл – 5 шт.;
 градуированные пипетки вместимостью 10,0 мл;

хлорид кальция, ч.д.а., 10^{-1} М раствор;
хлорид магния, ч.д.а., $5 \cdot 10^{-1}$ М раствор.

Выполнение работы

Проведению анализа предшествует подготовка к работе ионселективных электродов, заключающаяся в вымачивании мембраны электрода в течение 24 ч в 10^{-3} М растворе CaCl_2 при температуре 20 ± 5 °С для кальциевого селективного электрода и в 10^{-3} М растворе MgCl_2 – для магниевового.

Для построения градуировочного графика определения Ca^{2+} методом последовательного разбавления готовят серию стандартных растворов CaCl_2 – 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} , $5 \cdot 10^{-4}$ М в мерных колбах на 100 мл. Для этого в первую колбу отбирают пипеткой 10 мл исходного стандартного раствора хлорида кальция (10^{-1} М), доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Последующие растворы готовят аналогичным образом, разбавляя аликвоту предыдущего дистиллированной водой в колбе на 100 мл.

По аналогичному принципу готовят серию стандартных растворов MgCl_2 с концентрацией 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} , $5 \cdot 10^{-4}$ М.

С помощью кальцийселективного и хлоридсеребряного электродов поочередно измеряют потенциал эталонных растворов хлорида кальция, переходя от меньшей концентрации к большей и ополаскивая стакан и электроды очередным раствором. Измерения повторяют несколько раз и усредняют значение потенциала для каждого раствора серии.

Аналогичные измерения потенциала проводят с магнийселективным электродом для серии эталонных растворов хлорида магния. Результаты измерений заносят в таблицу.

$C_{M^{2+}}, \text{М}$	$pC_{M^{2+}} = -\lg C_{M^{2+}}$	Е, мВ	$E_{cp}, \text{мВ}$

По данным измерений строят градуировочные графики для определения Ca^{2+} и Mg^{2+} в координатах Е – рМ. По величинам рМ в исследуемых пробах (рСа, рMg) рассчитывают концентрации металлов:

$$C_{Ca^{2+}} = 10^{-pCa}, C_{Mg^{2+}} = 10^{-pMg}.$$

Для определения жесткости воды отбирают пробу не менее 50 мл. Измеряют потенциал воды с кальциевым ионселективным электродом, находят по градуировочному графику величину $pC_{Ca^{2+}}$ и рас-

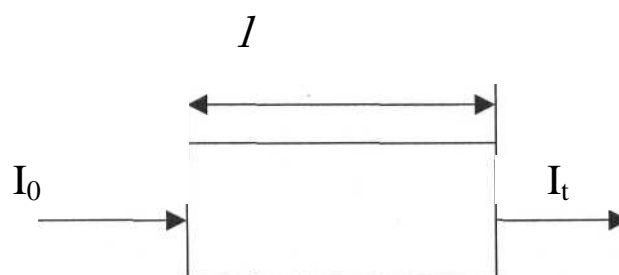
считывают $C_{Ca^{2+}}$, как описано выше. Аналогичные измерения потенциала воды проводят с магниевым ионселективным электродом и находят $C_{Mg^{2+}}$.

Общую жесткость воды (J , ммоль-экв/л) рассчитывают по формуле

$$J = (C_{Ca^{2+}} + C_{Mg^{2+}}) \cdot 10^3.$$

ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА (ФОТОМЕТРИЯ)

Фотоэлектроколориметрия основана на поглощении света определяемым веществом в видимой области спектра (400-760 нм).



Поток света с интенсивностью I_0 , проходящий через светопоглощающий раствор с толщиной I , рассеивается, преломляется, но большая его часть поглощается; из раствора выходит поток I_t , интенсивность которого меньше I_0 . Для решения аналитических задач применяется основной (объединенный) закон светопоглощения Бугера-Ламберта-Бера.

Количество электромагнитного излучения, поглощенное раствором, пропорционально концентрации поглощающих частиц и толщине слоя:

$$\lg(I/I_0) = -k \cdot I \cdot C,$$

величина $-\lg(I/I_0)$ называется абсорбцией или оптической плотностью (A). Тогда основной закон светопоглощения принимает форму

$$A = k \cdot I \cdot C.$$

Если концентрация раствора выражена в моль/л, а толщина поглощающего слоя в см, то коэффициент $k = \varepsilon$, и основной закон светопоглощения принимает вид

$$A = \varepsilon \cdot I \cdot C,$$

где ε – молярный коэффициент светопоглощения, л/(моль·см).

Молярный коэффициент светопоглощения является мерой чувствительности фотометрических методов. Чем больше ε , тем выше чув-

ствительность метода, тем меньшую концентрацию вещества можно определить.

Физический смысл ε :

при $c = 1$ моль/л и толщине слоя $l = 1$ см $\varepsilon = A$.

Фотометрический анализ состоит из следующих стадий:

- Переведение анализируемого вещества в раствор и отделение при необходимости мешающих компонентов.
- Анализируемый раствор должен быть окрашенным. Если раствор не имеет собственной окраски, его переводят в окрашенную форму, применяя фотометрический реагент. Его подбирают так, чтобы молярный коэффициент светопоглощения окрашенной формы вещества был по возможности большим, а условия анализа (рН раствора, температура, природа растворителя) - как можно проще.
- Готовят раствор сравнения - растворитель, содержащий все компоненты анализируемого раствора, кроме определяемого вещества.
- Изучают зависимость оптической плотности от длины волны. По максимальному светопоглощению выбирают оптимальную длину волны фотометрических измерений.
- В наборе к фотометрическим приборам имеются кюветы с толщиной поглощающего слоя от 1 до 50 мм. При выборе толщины поглощающего слоя (длины кюветы) учитывают диапазон значений A , для которых относительная погрешность измерения минимальна (0,5 - 1,0%); $0,1 < A < 0,8$. Оптимальная оптическая плотность: $A = 0,45$.
- Выбирают интервал концентраций, при которых соблюдается закон Бугера-Ламберт-Бера. Для раствора с минимальной концентрацией, помещенного в выбранную кювету, величина A должна быть не менее 0,1; для раствора с максимальной концентрацией $A < 0,8$. Растворы, не удовлетворяющие таким требованиям, исключают из серии стандартных.
- Измеряют оптическую плотность стандартных растворов и строят градуировочный график (зависимость A от C).
- В идентичных условиях измеряют оптическую плотность анализируемого раствора и по градуировочному графику находят концентрацию определяемого вещества в растворе. Измерения выполняют на фотоэлектроколориметре. Измеряемые величины - оптическая плотность A и светопропускание T , %, связаны соотношением
- $A = -\lg T$.

Лабораторная работа №8

Фотоколориметрическое определение хрома в хромате калия

Цель работы: освоить приемы работы на фотоэлектроколориметре на примере определения содержания хрома в хромате калия.

Приборы, посуда и реактивы

фотоэлектроколориметр КФК-2 с набором кювет;
стандартный раствор хромата калия – 1мл раствора содержит $6 \cdot 10^{-4}$ г хрома (навеску K_2CrO_4 массой 2,2384 г растворить в мерной колбе вместимостью 1л);
мерные колбы вместимостью 50 – 5 шт.;
бюретка вместимостью 25 мл.

Выполнение работы

1. Включить прибор и прогреть его в течение 15 мин.
2. Изучение спектральной характеристики раствора.

В мерную колбу из бюретки добавляют 3 мл стандартного раствора хромата калия, доводят раствор дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Одну кювету заполняют анализируемым раствором, другую – раствором сравнения, которым в данном случае является дистиллированная вода. Кюветы необходимо предварительно ополоснуть исследуемым раствором и раствором сравнения и заполнять только до метки. С внешней стороны кюветы фильтровальной бумагой тщательно протирают грани, через которые проходит световой поток. Измеряют оптическую плотность окрашенного раствора с различными светофильтрами. Результаты измерений записывают в таблицу.

Длина волны λ , нм	440	490	540	590	670	750
Оптическая плотность A						
Цвет светофильтра						

Строят график зависимости оптической плотности от длины волны $A = f(\lambda)$ и выбирают светофильтр. Оптимальной является длина волны, при которой свет максимально поглощается раствором.

3. Выбор длины кюветы.

Растворы, приготовленные в предыдущем опыте, используют для изучения зависимости оптической плотности от толщины поглощающего слоя. Для этого измеряют оптическую плотность окрашенного раствора при выбранном светофильтре поочередно в кюветах с толщиной поглощающего слоя 1, 2, 3 и 5 см. Измерения проводят относительно раствора сравнения, который помещают в кюветы с такой же толщиной слоя. Результаты измерений заносят в таблицу.

Толщина слоя, см				
Оптическая плотность А				

По полученным данным строят график зависимости оптической плотности от толщины поглощающего слоя $A=f(l)$. Выбирают оптимальную кювету, в которой оптическая плотность раствора максимальна, но не превышает 0,8.

4. Построение градуировочного графика.

Готовят серию стандартных растворов. Для этого из бюретки в 5 мерных колб вносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл стандартного раствора хромата калия, доводят раствор дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Измеряют оптическую плотность стандартных растворов и результаты заносят в таблицу.

Концентрация Cr^{6+} , мг/мл	А
$1,2 \cdot 10^{-5}$	
$2,4 \cdot 10^{-5}$	
$3,6 \cdot 10^{-5}$	
$4,8 \cdot 10^{-5}$	
$6,0 \cdot 10^{-5}$	

5. Строят градуировочный график в координатах $A - C_{Cr^{6+}}$ мг/мл. График обрабатывают методом наименьших квадратов.

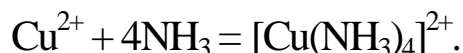
6. Выполнение контрольной задачи.

Получить у лаборанта раствор задачи в мерной колбе на 50 мл, довести раствор до метки и тщательно перемешать. Измерить оптическую плотность контрольного раствора в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика. Определить по градуировочному графику концентрацию Cr^{6+} в контрольном растворе. По результатам трех параллельных измерений провести статистическую обработку результатов анализа.

Лабораторная работа №9

Определение Cu^{2+} в водном растворе

Определение основано на образовании комплексного соединения Cu^{2+} с аммиаком:



Раствор тетрааммиаката меди имеет интенсивную голубую окраску, молярный коэффициент светопоглощения (ϵ_{620}) равен $1 \cdot 10^2$.

Цель работы: определить содержание Cu^{2+} в водном растворе методом градуировочного графика.

Приборы, посуда и реактивы

фотоэлектроколориметр КФК-2 с набором кювет;
мерные колбы вместимостью 50 мл – 5 шт.;
мерный цилиндр вместимостью 10 мл;
градуированная пипетка вместимостью 10 мл;
стандартный раствор CuSO_4 с концентрацией 1,0 мг/мл;
раствор аммиака с массовой долей 5%;
фильтровальная бумага.

Выполнение работы

1. Изучение спектральной характеристики раствора.

В мерную колбу пипеткой отбирают 5,00 мл исходного (стандартного) раствора CuSO_4 , мерным цилиндром добавляют 5 мл раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Готовят раствор сравнения: в мерную колбу отбирают 5 мл раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Одну кювету заполняют анализируемым раствором, другую – раствором сравнения. Кюветы необходимо предварительно ополоснуть исследуемым раствором и раствором сравнения и заполнять только до метки. С внешней стороны кюветы фильтровальной бумагой тщательно протирают грани, через которые проходит световой поток. Измеряют оптическую плотность окрашенного раствора с различными светофильтрами. Результаты измерений записывают в таблицу.

Длина волны λ , нм	440	490	540	590	670	750
Оптическая плотность A						
Цвет светофильтра						

Строят график зависимости оптической плотности от длины волны $A = f(\lambda)$ и выбирают светофильтр. Оптимальной является длина волны, при которой свет максимально поглощается раствором.

2. Выбор длины кюветы.

Растворы, приготовленные в предыдущем опыте, используют для изучения зависимости оптической плотности от толщины поглощающего слоя. Для этого измеряют оптическую плотность окрашенного раствора при выбранном светофильтре поочередно в кюветах с толщиной поглощающего слоя 1, 2, 3 и 5 см. Измерения проводят относительно раствора сравнения, который помещают в кюветы с такой же толщиной слоя. Результаты измерений заносят в таблицу.

Толщина слоя, см				
Оптическая плотность A				

По полученным данным строят график зависимости оптической плотности от толщины поглощающего слоя $A=f(L)$. Выбирают оптимальную кювету, в которой оптическая плотность раствора максимальна, но не превышает 0,8.

3. Построение градуировочного графика.

Готовят серию стандартных растворов, содержащих 0,05-0,2 мг/мл Cu^{2+} . Для этого в 4 мерные колбы пипеткой отбирают 2,50; 5,00; 7,50 и 10,00 мл стандартного раствора, содержащего 1 мг/мл Cu^{2+} . В каждую колбу добавляют по 5 мл раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов при выбранном светофильтре и оптимальной толщине поглощающего слоя. Результаты измерений записывают в таблицу.

Концентрация Cu^{2+} в растворе, мг/мл	0,05	0,1	0,15	0,2
Оптическая плотность, A				

Строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность – концентрация Cu^{2+} , мг/мл. График обрабатывают методом наименьших квадратов. Прямолинейность графика свидетельствует о том, что светопоглощение раствора аммиаката меди подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера.

4. Анализ контрольного раствора.

В мерную колбу пипеткой отбирают 5,00 мл контрольного раствора с неизвестным содержанием Cu^{2+} , мерным цилиндром добавляют 5 мл раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика. По градуировочному графику находят концентрацию Cu^{2+} в растворе.

Концентрацию Cu^{2+} (С, мг/л) в контрольном растворе рассчитывают по формуле:

$$C = (C_x \cdot 50 \cdot 1000) / V_n ,$$

где C_x – концентрация меди, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

V_n – объем пробы анализируемой воды, мл (в данном случае 5 мл);

50 – вместимость мерной колбы, мл.

По результатам трех параллельных измерений проводят статистическую обработку результатов анализа.

Лабораторная работа №10 **Определение белков в молоке**

Определение основано на ксантопротеиновой реакции с образованием окрашенного в оранжевый цвет продукта. Ксантопротеиновая реакция – цветная качественная реакция на белки. Суть ее заключается в том, что проба, содержащая белок, при нагревании с концентрированной азотной кислотой приобретает лимонно-желтую окраску в результате нитрования ароматических колец аминокислотных остатков белка, которая после осторожной нейтрализации разбавленным раствором щелочи переходит в оранжевую. (Эта же реакция обнаруживается на коже рук при неосторожном обращении с азотной кислотой).

Цель работы: освоить методику фотоколориметрического определения белков в молоке ксантопротеиновым методом.

Приборы, посуда и реактивы
фотоэлектроколориметр КФК-2 с набором кювет;
водяная баня;
мерные пробирки вместимостью 20 мл – 3 шт.;
мерные пипетки вместимостью 1, 5 и 10 мл;

химический стакан вместимостью 50 мл;
воронка диаметром 9 см;
раствор гидроксида натрия с массовой долей 2,0 %;
раствор концентрированной азотной кислоты с плотностью 1,43 г/см³;
раствор гидроксида аммония с массовой долей 15,0 %;
обеззоленная фильтровальная бумага «синяя лента».

Выполнение работы

В мерную пробирку пипеткой отбирают 1,0 мл хорошо перемешанной пробы молока, добавляют 9,0 мл раствора NaOH, встряхивают и выдерживают 10 мин. В другую пробирку отбирают 1,0 мл полученной смеси, добавляют 1,0 мл концентрированной азотной кислоты и перемешивают. Пробирку помещают на водяную баню при температуре кипения на 5 мин, затем охлаждают на воздухе. Раствор приобретает лимонно-желтую окраску. По стенке пробирки пипеткой аккуратно добавляют 3,0 мл раствора NH₄OH и 5,0 мл дистиллированной воды. Одновременно выполняют параллельное определение.

Окрашенный в оранжевый цвет раствор тщательно перемешивают, фильтруют через обеззоленный фильтр и фотометрируют при $\lambda = 440$ нм относительно дистиллированной воды. Оптимальную толщину поглощающего слоя выбирают так, чтобы оптическая плотность составляла $\sim 0,45$. По результатам двух параллельных измерений рассчитывают среднюю оптическую плотность.

Массовую долю белка в молоке (ω , %) находят по формуле

$$\omega = A \cdot K,$$

где A – оптическая плотность раствора;

K – коэффициент (7,4 %), получен при предварительных сравнительных определениях содержания белка методом Кьельдаля и по ксантопротеиновой реакции.

Лабораторная работа №11

Определение фенола в колбасных изделиях

Копчение – способ консервирования мясной продукции веществами неполного сгорания древесины, содержащимися в дыме или коптильных препаратах. Во время копчения многочисленные компоненты дыма попадают в обрабатываемый продукт и обеспечивают его консервацию, ароматизацию и нужную окраску.

Фенолы участвуют в образовании вкусовых и ароматических свойств копченых продуктов. При копчении происходит поглощение фенолов и накопление их в продуктах. Высокое содержание фенолов опасно для здоровья человека, поэтому их накопление в копченых продуктах должно быть сведено до минимума. Фенол при вдыхании приводит к раздражению слизистых оболочек, при контакте с кожей – ожоги. Хроническое отравление приводит к поражению печени и почек, а также к изменениям со стороны крови. Фенол оказывает вредное воздействие на наследственность.

Для гарантии экологической чистоты пищевых продуктов необходимо контролировать содержание в них фенолов, хотя СанПиН не регламентирует количество данного показателя. Однако ПДК фенолов в воде для России составляет 0,001 мг/л.

Определение основано на получении нитрозосоединений при взаимодействии фенола с нитритом натрия. Нитрозосоединения образуют с избытком аммиака окрашенные в желтый цвет продукты реакции, которые определяют фотометрическим методом.

Цель работы: определить содержание фенола в колбасе, окороке, карбонате, шейке, беконе и других копченостях.

Приборы, посуда и реактивы
фотоэлектроколориметр КФК-2;
кюветы с толщиной поглощающего слоя 3 см;
технические весы;
вибросмеситель;
мерные колбы вместимостью 50 мл – 5 шт.;
мерный цилиндр вместимостью 150 мл;
градуированные пипетки вместимостью 1,5 и 10 мл – по 1 шт.;
пробирки вместимостью 20 мл – 5 шт.;
коническая колба с пришлифованной пробкой вместимостью 250 мл;
стеклянная палочка;
стандартный раствор фенола с концентрацией 1,0 мг/мл;
растворы: гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/мл;
серной кислоты с массовой долей 25,0 %;
сульфата цинка с массовой долей 0,45 %;
нитрита натрия с массовой долей 0,05 %;
аммиака с массовой долей 10,0 %;
фильтровальная бумага «синяя лента».

Выполнение работы

1. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы пипеткой отбирают 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 мл стандартного раствора фенола и доводят до метки дистиллированной водой. В пробирки помещают по 5,0 мл приготовленных растворов фенола, добавляют по 1,0 мл раствора NaOH, 0,3 мл раствора H₂SO₄ и 2,5 мл раствора NaNO₂. Содержимое пробирок перемешивают стеклянной палочкой, нагревают на водяной бане при температуре кипения 5 мин, охлаждают на воздухе и добавляют в каждую пробирку по 5,0 мл раствора NH₄OH. Окрашенные в желтый цвет растворы тщательно перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность при $\lambda = 400$ нм. Раствор сравнения содержит все компоненты, кроме фенола. Измерения проводят три раза. Средние значения оптической плотности записывают в таблицу и строят градуировочный график в координатах $A = f(C)$.

Концентрацию фенола в полученных стандартных растворах ($C_{ст}$, мг/мл) рассчитывают по уравнению

$$C_{исх} \cdot V_{исх} = C_{ст} \cdot V_{ст}.$$

2. Анализ копченой колбасы.

В коническую колбу помещают ($15,00 \pm 0,01$) г измельченной копченой колбасы. Добавляют 50 мл дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой и встряхивают на вибросмесителе 15 мин. Содержимое колбы фильтруют, фильтрат помещают в мерную колбу и доводят до метки дистиллированной водой. Для осаждения белков 10,0 мл полученного раствора переносят в пробирку, добавляют 4,0 мл раствора сульфата цинка, 1,0 мл раствора NaOH, выдерживают на водяной бане 5 мин и фильтруют. В пробирку помещают 5,0 мл фильтрата, добавляют 0,3 мл раствора H₂SO₄ и 2,5 мл раствора NaNO₂. Содержимое пробирки перемешивают стеклянной палочкой, нагревают на водяной бане при температуре кипения, охлаждают на воздухе и добавляют 5 мл раствора NH₄OH. Оптическую плотность окрашенного в желтый цвет раствора измеряют в условиях, принятых при построении градуировочного графика. Концентрацию фенола в пробе находят по градуировочному графику.

Содержание фенола (ω , %) рассчитывают по формуле

$$\omega = (C_x \cdot V \cdot 7,5 \cdot 100) / m,$$

где C_x – концентрация фенола в водной вытяжке, найденная по градуировочному графику, мг/мл;
 m – масса навески анализируемого продукта, мг;
 V – вместимость мерной колбы, мл;
 7,5 – разбавление пробы.

Лабораторная работа №12 **Определение содержания Fe^{3+} в питьевой** **или технологической воде**

В производстве алкогольных и безалкогольных напитков качество питьевой воды имеет первостепенное значение. Вода определяет вкус и стойкость напитков. Присутствие в воде Fe^{3+} ухудшает органолептические показатели напитков.

Определение Fe^{3+} основано на образовании в кислой среде интенсивно окрашенного в пурпурный цвет продукта взаимодействия Fe^{3+} с сульфосалициловой кислотой. Комплексное соединение имеет полосу поглощения с $\lambda = 510$ нм.

Цель работы: овладеть приемами определения Fe^{3+} в питьевой или технологической воде.

Приборы, посуда и реактивы

фотоэлектроколориметр КФК-2;
 кюветы с толщиной поглощающего слоя 1 см;
 аналитические весы;
 мерные колбы вместимостью 50 мл – 6 шт.;
 мерная колба вместимостью 1 л;
 градуированные пипетки вместимостью 1, 5 и 10 мл – по 1 шт.;
 пипетка Мора вместимостью 25 мл;
 стандартный раствор железо-аммонийных квасцов с концентрацией Fe^{3+} 0,1 мг/мл (навеску 0,8636 х.ч. квасцов $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ растворяют в мерной колбе на 1 л, куда добавляют H_2SO_4 до рН=2 и доводят до метки дистиллированной водой);
 растворы: сульфосалициловой кислоты с массовой долей 10%;
 серной кислоты с концентрацией 0,5 моль/л.

Выполнение работы

1. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы помещают последовательно 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мл стандартного раствора железо-аммонийных квасцов, добавляют по 3,0 мл раствора сульфосалициловой кислоты и 1,0 мл раствора серной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. В мерной колбе готовят раствор сравнения. Для этого в колбу вносят 3,0 мл раствора сульфосалициловой кислоты, добавляют 1,0 мл раствора серной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность окрашенных в пурпурный цвет растворов при $\lambda = 490\text{--}530$ нм. Оптическую плотность записывают в таблицу и строят градуировочный график в координатах $A = f(C)$. График обрабатывают методом наименьших квадратов.

2. Анализ воды.

В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 25,0 мл анализируемой воды, добавляют 3,0 мл сульфосалициловой кислоты и 1,0 мл раствора серной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность окрашенного раствора в тех же условиях, что и стандартных растворов. Проводят три параллельных опыта. По градуировочному графику находят содержание Fe^{3+} в пробе.

Концентрацию Fe^{3+} (C , мг/л) в анализируемой воде рассчитывают по формуле

$$C = (C_x \cdot 50 \cdot 1000) / V_n,$$

где C_x – концентрация раствора, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

V_n – объем пробы анализируемой воды, мл.

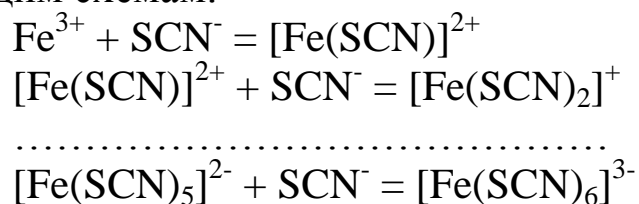
По результатам трех параллельных измерений проводят статистическую обработку результатов анализа.

Лабораторная работа №13

Определение содержания Fe^{3+} в соках и белых винах

Метод определения железа(III) основан на образовании комплекса с роданидом калия, имеющего кроваво-красную окраску. Метод позволяет обнаружить даже следовые количества железа(III), по-

сколько значение молярного коэффициента поглощения очень велико. Образование комплексов Fe^{3+} с роданид-ионами протекает по следующим схемам:



Образующиеся комплексы имеют кроваво-красное окрашивание различной интенсивности. В связи с невозможностью создать условия для существования в растворе одного комплекса, практически всегда приходится работать с раствором, содержащим одновременно целый ряд железороданидных комплексов, имеющих разные спектральные характеристики. Поэтому во избежание ошибок при определении железа роданидным методом всегда нужно брать большой избыток реагента.

Определению мешают вещества, связывающие в комплекс ионы железа или ион роданида (хлориды, фториды, фосфаты, тартраты и др.), восстановители, восстанавливающие Fe^{3+} до Fe^{2+} , окислители, разрушающие роданид-ион. Для предотвращения гидролиза солей железа и возможного выпадения гидроксидов или основных солей железа необходимо подкислять раствор разбавленной азотной кислотой, так как при больших концентрациях нитрат-иона возможно окисление роданид-ионов.

Цель работы: освоить методику фотометрического определения железа в различных напитках.

Приборы, посуда и реактивы

- фотоэлектроколориметр КФК-2;
- кюветы с толщиной поглощающего слоя 1 см;
- мерные колбы вместимостью 100 мл – 6 шт.;
- пипетки градуированные вместимостью 10 мл – 2 шт.;
- пипетка Мора, вместимостью 20 мл;
- бюретка вместимостью 25 мл;
- раствор железо-аммонийных квасцов $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, содержащий 20 мкг/мл Fe^{3+} (навеска 0,8636 х.ч. квасцов растворена в мерной колбе на 1 л, куда добавлено 4 мл H_2SO_4 $\rho = 1,4$ г/см³;
- 50 мл приготовленного раствора перенести в мерную колбу на

250 мл, довести дистиллированной водой до метки и тщательно перемешать);

растворы: HNO_3 – 4М;

KCNS – 3М;

пероксид водорода – 30%.

Выполнение работы

1. Построение градуировочного графика.

В 4 мерные колбы на 100 мл последовательно внести 5, 10, 15 и 20 мл стандартного раствора железа, добавить 3 мл раствора HNO_3 , 6 капель раствора пероксида водорода, 10 мл раствора роданида калия и довести объем до метки. Растворы тщательно перемешать. В мерной колбе на 100 мл приготовить раствор сравнения. Для этого в колбу прилить 3 мл HNO_3 , 3 капли раствора пероксида водорода, 10 мл раствора KCNS , довести объем до метки дистиллированной водой. Раствор перемешать.

Измерить оптическую плотность каждого раствора при $\lambda = 500$ – 550 нм в кювете с толщиной слоя 1 см. Данные измерения занести в таблицу.

Обратите внимание, что фотометрирование необходимо проводить сразу же после приготовления растворов, поскольку комплексы быстро разрушаются.

Обработать результаты методом наименьших квадратов. Построить градуировочный график зависимости $A = f(C)$.

2. Определение содержание железа в вине или соке.

В 3 мерные колбы на 100 мл внести по 20 мл вина или сока, добавить 3 мл HNO_3 , 6 капель раствора пероксида водорода, 10 мл раствора KSCN , довести содержимое колбы до метки дистиллированной водой, раствор тщательно перемешать. Измерить оптическую плотность исследуемого раствора относительно раствора сравнения, содержащего все компоненты, кроме анализируемого объекта, при $\lambda = 500$ – 550 нм. По градуировочному графику определить содержание железа в растворе (C_x).

Содержание железа в соке или вине ($C_{\text{Fe}^{3+}}$, мкг/л) рассчитать по формуле

$$C_{\text{Fe}^{3+}} = \frac{C_x \cdot 100}{20} \cdot 1000.$$

По результатам трех параллельных измерений провести статистическую обработку результатов анализа.

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Рефрактометрический анализ основан на измерении показателя преломления (рефракции) света при прохождении его через границу раздела прозрачных сред, по которому судят о природе вещества, его чистоте или содержании в растворах.

Рефракция – это явление преломления луча света на границе раздела двух сред, различных по плотности. Количественно рефракцию оценивают по углу или показателю преломления света. Рефрактометрический метод анализа – это метод, основанный на зависимости показателя преломления света от состава системы, т.е. от концентрации компонента в растворе.

Рефрактометрия основана на измерении относительных показателей преломления веществ. Отношение синуса угла падения (α) к синусу угла преломления (β) называют относительным показателем преломления (η) второго вещества по отношению к первому

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

Показатель преломления зависит от природы, плотности и концентрации веществ, типа растворителя, температуры и других факторов. Каждая среда имеет постоянный показатель преломления и, следовательно, отношение синусов углов, также является постоянной величиной. Для жидкостей и твердых тел η обычно определяют относительно воздуха, а для газов – относительно вакуума. Если в качестве сред используется не воздух, а любые другие среды, то каждая из них описывается своим показателем и предельным углом преломления. Значения η зависят от длины волны света (λ) и температуры, которые указывают соответственно в подстрочном и надстрочном индексах. Например, показатель преломления при 20°C для D-линии спектра натрия ($\lambda = 589$ нм) – η_D^{20} или η_{589}^{20} . Показатель преломления при прочих постоянных условиях связан прямой пропорциональной зависимостью с концентрацией компонента в растворе и его измерение широко используется в количественном анализе.

Лабораторная работа № 14

Определение содержания сахарозы в растворах

Цель работы: освоить навыки работы на рефрактометре и определить содержание сахарозы в растворах и некоторых напитках.

Приборы, посуда и реактивы

технохимические весы;
рефрактометр ИРФ-464;
мерные колбы вместимостью 50 мл – 5 шт.;
стаканчики вместимостью 50 мл – 2 шт.;
пипетки медицинские – 2 шт.;
фильтровальная бумага;
дистиллированная вода;
сахароза.

Выполнение работы

1. Приготовление стандартных растворов сахарозы. На технохимических весах взять навески сахарозы 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 г. Навески количественно перенести в мерные колбы, растворить в небольшом количестве дистиллированной воды, довести раствор до метки и тщательно перемешать.
2. Подготовка прибора к работе. Два раза промыть рабочие поверхности призм дистиллированной водой. Для этого нанести каплю воды пипеткой, тщательно высушить поверхность призм фильтровальной бумагой. Проверить правильность установки шкалы. Нанести на измерительную призму 2-3 капли дистиллированной воды, осторожно опустить на неё осветительную призму. Через окуляр наблюдать появление равномерно освещенного поля. Поворачивая маховичок, найти границу раздела света и тени с перекрестием в окуляре и снять показания по шкале показателей преломления (дистиллированная вода $n_0^{20} = 1,3330$). Осушить рабочие поверхности призм фильтровальной бумагой.
3. Определить показатель преломления для каждого из приготовленных растворов. Для этого нанести каплю раствора пипеткой на поверхность призмы и снять отсчет по шкале показателей преломления. Данные измерений занести в таблицу.

Но- мер	Навеска, г	Концентрация раствора,		Показатель преломления, η
		г/л	%	
1	1	20	2	
2	2	40	4	
3	3	60	6	
4	4	80	8	
5	5	100	10	
6	к/з			

4. По данным таблицы построить градуировочный график зависимости показателя преломления от концентрации сахарозы в растворе.

5. Выполнение контрольной задачи. Получить у лаборанта раствор контрольной задачи. Одну каплю исследуемого раствора нанести пипеткой на поверхность призмы и снять отсчет по шкале показателей преломления. Измерения повторить 3 раза и рассчитать среднее арифметическое значение показателя преломления. Содержание сахарозы в исследуемом растворе найти по градуировочному графику.

Лабораторная работа № 15

Определение содержания этилового спирта в алкогольных напитках и парфюмерно-косметических товарах

Цель работы: освоить навыки рефрактометрического анализа и определить содержание этилового спирта в некоторых продуктах методом градуировочного графика.

Приборы, посуда и реактивы

рефрактометр ИРФ-464;
 мерные колбы вместимостью 50 мл – 6 шт.;
 бюретки вместимостью 25 мл – 2 шт.;
 стаканы – 2 шт.;
 спирт этиловый ректификат 96%;
 фильтровальная бумага;
 пипетки медицинские – 2 шт.

Выполнение работы

1. Приготовить в мерных колбах стандартные растворы C_2H_5OH , содержащие соответственно 5, 10, 20, 30, 40 и 50 % объемн. C_2H_5OH .

Для этого в каждую мерную колбу внести соответственно 2,6; 5,2; 10,4; 15,6; 20,8 и 26,0 мл 96% этилового спирта и объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

2. Проверить установку рефрактометра. Для этого рабочие поверхности призм промыть 2-3 каплями дистиллированной воды, высушить их фильтровальной бумагой. Нанести на измерительную призму 2-3 капли дистиллированной воды, осторожно опустить на неё осветительную призму. Через окуляр наблюдать появление равномерно освещенного поля. Поворачивая маховичок, найти границу раздела света и тени в окуляре и снять показания по шкале показателей преломления (дистиллированная вода $n_0^{20} = 1,3330$). Осушить рабочие поверхности призм фильтровальной бумагой.

3. Измерить показатели преломления приготовленных стандартных растворов спирта. Для этого нанести пипеткой каплю исследуемого раствора на поверхность измерительной призмы и снять отсчет по шкале показателей преломления. Данные измерений занести в таблицу.

Номер	Концентрация раствора C_2H_5OH , объемн. %	Показатель преломления, η
1	5	
2	10	
3	20	
4	30	
5	40	
6	50	
К/з	C_x	

4. По данным таблицы построить градуировочный график зависимости показателя преломления от концентрации спирта в растворе.

5. Получить у лаборанта контрольную задачу. Одну каплю исследуемого раствора нанести на поверхность измерительной призмы и снять отсчет по шкале показателей преломления. Измерения повторить три раза и найти среднее значение. Содержание спирта в исследуемом продукте определить по градуировочному графику.

Лабораторная работа № 16

Определение влажности меда

Одним из главных показателей качества меда является влажность. Содержание воды в меде доходит до 15-21%. Зрелость меда зависит от его влажности, а влажность – от условий хранения, времени сбора нектара, погодных условий медосбора, соотношения сахаров, типа тары. Увеличенная влажность формирует благоприятные условия для брожения меда, что обуславливает снижение его качества.

Цель работы: освоить навыки работы на рефрактометре и определить влажность меда.

Приборы, посуда и реактивы

рефрактометр;
пробирки с пробками – 2 шт.;
мед;
вода дистиллированная;
фильтровальная бумага;
пипетки медицинские – 2 шт.

Выполнение работы

Показатель преломления меда зависит от содержания в нем воды. Для исследования используют жидкий мед. Закристаллизовавшийся мед (1мл) помещают в пробирку, плотно закрывают резиновой пробкой и нагревают на водяной бане при 60°C до полного растворения кристаллов, охлаждают до комнатной температуры.

Одну каплю меда наносят на призму рефрактометра и измеряют показатель преломления. Измерение проводят не менее трех раз и рассчитывают среднее значение.

Если температура исследуемого продукта отличается от 20°C, показатель преломления меда на рефрактометре пересчитывают на его значение при 20°C по формуле

$$\eta_{\text{д}}^{20} = \eta_{\text{д}}^t + 0,00023(t - 20),$$

где $\eta_{\text{д}}^{20}$ – показатель преломления при 20°C;

$\eta_{\text{д}}^t$ – показатель преломления при температуре образца;

t – температура, при которой проводилось исследование;

0,00023 – температурный коэффициент показателя преломления.

Содержание в меде воды (%) вычисляют по формуле

$$W = 400 \cdot (1,538 - \eta_{\Delta}^{20}),$$

где 400 и 1,538 – постоянные коэффициенты,

Допустимые расхождения между результатами контрольных испытаний не должны превышать 0,1%.

Лабораторная работа № 17

Определение качества растительных жиров

Показатель преломления, наряду с другими физико-химическими показателями, может служить для определения степени окисленности жира, что позволяет судить о его качестве. При наличии оксигруппы показатель преломления возрастает.

Цель работы: освоить навыки рефрактометрического метода анализа и определить качество некоторых жиров.

Приборы, посуда и реактивы

рефрактометр;
технохимические весы;
стаканчики – 2 шт.;
стеклянные палочки – 3 шт.;
воронка;
фильтры;
растительные жиры.

Выполнение работы

Пробу исследуемого жира после длительного хранения хорошо перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр. На призму рефрактометра наносят 2 капли масла и измеряют показатель преломления. Если показатель преломления определяли при температуре, отличной от 20°C, то его приводят к 20°C по формуле

$$\eta_{\Delta}^{20} = \eta_{\Delta}^t + 0,00035(t - 20),$$

где η_{Δ}^{20} – показатель преломления при 20°C;

η_{Δ}^t – показатель преломления при температуре опыта;

t – температура опыта, °C,

0,00035 – температурный коэффициент показателя преломления свежего жира.

Сопоставляют величины показателей преломления двух жиров, сравнивают их с данными таблицы 4 и делают соответствующие выводы о качестве жиров.

Таблица 4

Значения показателей преломления различных жиров при 20°С

Наименование жира	Показатель преломления, η
Масло какао	1,465-1,467
Масло подсолнечное	1,474-1,476
Масло сливочное	1,460-1,461
Масло арахисовое	1,469-1,470
Маргарин	1,469-1,471
Масло соевое	1,472-1,475
Масло кукурузное	1,475-1,477
Масло кунжутное	1,475-1,476

Лабораторная работа № 18 Определение цветности белого сахара

Цветность – важная характеристика качества белого сахара. Этот показатель регламентируется, он зависит от окрашенности сахара-песка, следовательно, от окрашенности продуктов, из которых его получают (соки, сиропы). Цветность выражают в градусах на 100 г сухих веществ сахара. Согласно ГОСТу цветность белого сахарного песка, поступающего в торговлю, не должна превышать 0,8 условных единиц.

Цель работы: освоить навыки фотоколориметрического определения цветности белого сахара.

Приборы, посуда и реактивы

фотоэлектроколориметр КФК-2 с набором кювет;
 рефрактометр;
 аналитические весы;
 ареометр;
 мерная колба вместимостью 100 мл;
 химические стаканы вместимостью 50 и 250 мл;
 стеклянная воронка диаметром 9 см;
 кристаллизатор;
 фильтровальная бумага.

Выполнение работы

Навеску белого сахара $50,00 \pm 0,01$ г количественно переносят в мерную колбу, растворяют в горячей дистиллированной воде, охлаждают в кристаллизаторе до 20°C , доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухой химический стакан. Первые порции фильтрата удаляют. Раствор должен быть абсолютно прозрачным.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора в монохроматическом свете при $\lambda = 560$ нм относительно дистиллированной воды. Длину кюветы выбирают так, чтобы погрешность при измерении была минимальной ($A = 0,45$).

На рефрактометре измеряют массовую долю сухих веществ ($\omega, \%$) и ареометром – плотность анализируемого раствора.

В соответствии с законом Бугера-Ламберта-Бера рассчитывают коэффициент светопоглощения:

$$K = \frac{A}{C \cdot l} = \frac{100 \cdot A}{\omega \cdot \rho \cdot l},$$

где A – оптическая плотность раствора;

C – концентрация раствора, г/мл;

l – толщина поглощающего слоя, см;

ω – массовая доля сухих веществ в растворе, г/100 г сахара;

ρ – плотность раствора сахара, г/см³.

Коэффициент светопоглощения пересчитывают на градусы цветности по формуле

$$f = \frac{10 \cdot k}{0,16},$$

где $0,16$ – оптическая плотность стекла, принятая за единицу измерения цветности.

ХРОМАТОГРАФИЯ

Хроматографические методы разделения веществ основаны на сорбционных процессах. Сорбция – это поглощение газов, паров или растворенных веществ твердыми или жидкими поглотителями (сорбентами). Обратный процесс называют десорбцией.

Сущность всех хроматографических методов состоит в том, что разделяемые вещества перемещаются через слой неподвижного сорбента (неподвижной фазы) вместе с подвижной фазой (жидкой или

газообразной) с разной скоростью вследствие различной сорбируемости. В отличие от некоторых других видов разделения характерной особенностью хроматографических методов является многократность повторения процессов сорбции и десорбции в новых слоях сорбента, что обеспечивает высокую эффективность разделения. Следовательно, хроматографию можно определить как процесс, основанный на многократном повторении актов сорбции и десорбции вещества при перемещении его в потоке подвижной фазы вдоль неподвижного сорбента.

Если на выходе из слоя сорбента регистрировать изменение какого-либо свойства потока подвижной фазы, то можно получить выходную хроматографическую кривую – хроматограмму (рис. 3). Параметры выходной кривой могут служить средством выражения результатов хроматографического разделения смеси веществ, а также использоваться для качественного и количественного анализа.

Сорбционная способность неподвижной фазы по отношению к разделяемым веществам характеризуется временем удерживания t_R . Это расстояние на хроматограмме от момента введения вещества в слой сорбента до момента появления на выходе из слоя сорбента вещества в максимальной концентрации в потоке подвижной фазы.

Символами t_{R0} и V_{R0} обозначают время и объем удерживания несорбирующегося компонента.

Высота выходной кривой (пика) h – это перпендикуляр, опущенный из максимума пика на нулевую линию. Нулевая линия – часть хроматограммы, полученная при регистрации сигнала детектора во время выхода из колонки чистой подвижной фазы. Ширина пика μ – отрезок, отсекаемый на нулевой линии касательными к кривой в точках перегиба, или расстояние между точками контура пика на середине высоты $\mu_{0.5}$.

Качественный анализ хроматографическими методами проводят по параметрам удерживания – удерживаемому объему и времени удерживания. Для этого сравнивают эти характеристики с такими же характеристиками стандартных или известных веществ в тех же условиях (температура, скорость и т.д.) или идентифицируют компоненты нехроматографическими методами, используя фракции эфлюента (используют ИК-, ЯМР-, масс-спектроскопию и другие методы).

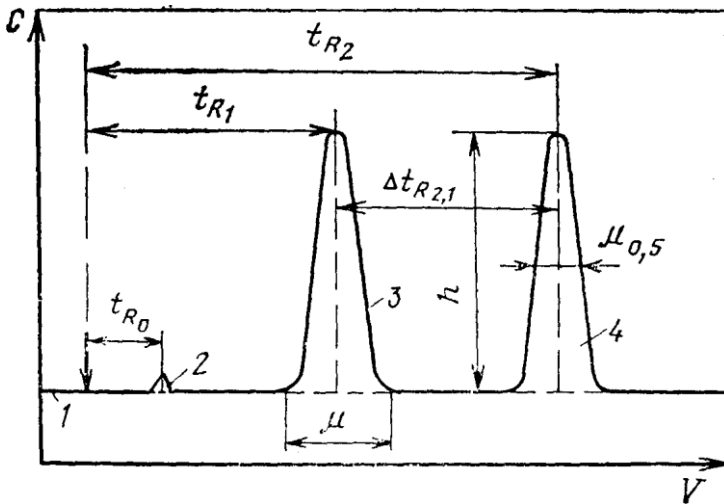


Рис. 3. Дифференциальная хроматограмма: 1—нулевая линия; 2— пик несорбирующегося компонента; 3, 4 — пики определяемых компонентов

Количественный анализ проводят, измеряя высоту или площадь пика, так как эти параметры пропорциональны концентрации вещества или его количеству в хроматографической зоне. Высота пика используется только тогда, когда время удерживания малое (пик острый) и форма пика не искажена (высота пика изменяется линейно). Поэтому площадь пика используется чаще.

Лабораторная работа № 19 Анализ смеси катионов методом бумажной распределительной хроматографии

Распределительная хроматография основана на различном распределении хроматографируемых веществ между двумя несмешивающимися фазами. Для разновидности этого метода — хроматографии на бумаге — роль носителя для неподвижной фазы играет очищенная от примесей фильтровальная бумага, а подвижной фазой является растворитель, в качестве которого часто выступает вода. Подвижной растворитель, перемещаясь по бумаге, постепенно смачивает ее. Одновременно в том же направлении передвигаются компоненты смеси, но с различными скоростями.

Цель работы: освоить методику распределительной хроматографии на бумаге.

Приборы, посуда и реактивы

- капилляр;
- фильтр «синяя лента» или хроматографическая бумага №1 диаметром 9 см;
- чашка Петри;
- химический стакан вместимостью 50 мл;

пинцет;
 раствор $K_4[Fe(CN)_6]$;
 смесь растворов солей Cu^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} , Ca^{2+} ;
 дистиллированная вода.

Выполнение работы

1. Фильтр положить на чашку Петри. Капилляром нанести в центр фильтра одну каплю исходной смеси растворов солей. Капилляр должен быть плотно прижат к фильтру до тех пор, пока жидкость полностью не впитается в бумагу.
2. Фильтр высушить, вырезать и отогнуть так называемый «фитиль» шириной 3-4 мм.

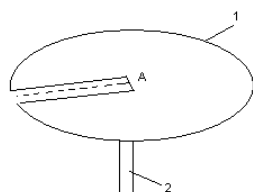


Рис. 4. Подготовка «фитиля»: 1 – круглый фильтр; 2 – «фитиль», погружаемый в растворитель; А – место нанесения анализируемого раствора

3. Опустить «фитиль» в стакан с подвижным растворителем (дистиллированной H_2O). Под действием поднимающейся по фитилю воды происходит разделение зон компонентов.
4. После окончания хроматографирования (влажное пятно не должно доходить до края фильтра на 0,5 см) хроматограмму вынуть и подсушить в сушильном шкафу (или над плиткой, удерживая фильтр пинцетом).
5. Проявить хроматограмму гексацианоферратом (II) калия, опрыскивая фильтр из пульверизатора, при этом выделяются окрашенные зоны соответствующих комплексов:

$Co_2[Fe(CN)_6]$	Голубая
$Cu_2[Fe(CN)_6]$	Кирпично-красная
$FeK[Fe(CN)_6]$	Синяя
$Ca_2[Fe(CN)_6]$	Светло-зеленая

6. Получить контрольную задачу и определить присутствующие катионы.

Описать хроматограммы, сделать выводы.

Лабораторная работа № 20

Анализ смеси катионов методом осадительной хроматографии

Цель работы: освоить методику качественного определения анионов методом осадочной хроматографии.

Приборы, посуда и реактивы

капилляр;

фильтр «синяя лента» диаметром 9 см;

чашка Петри;

пинцет;

химический стакан вместимостью 50 мл;

раствор KI – 10%;

смесь растворов солей Bi^{3+} , Cu^{2+} , Hg^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+} ;

дистиллированная вода.

Выполнение работы

1. Подготовка фильтровальной бумаги. Фильтр, предназначенный для получения хроматограммы, необходимо пропитать осадителем, для этого, придерживая фильтр пинцетом, погрузить его в раствор иодида калия, после чего дать стечь избытку растворителя и подсушить бумагу на воздухе.

2. В центр фильтра капилляром нанести каплю исследуемого раствора смеси солей (фильтр положить на чашку Петри, капилляр должен быть плотно прижат к фильтру до полного впитывания капли раствора), дать пятну немного подсохнуть.

3. В центр пятна капилляром нанести 3-4 капли воды (каждую следующую каплю наносить только после того, как полностью впитается предыдущая, при этом возникают четко окрашенные кольца соответствующих иодидов).

Катион	Bi^{3+}	Cu^{2+}	Hg^{2+}	Ag^+	Pb^{2+}
Цвет кольца	Черный	Бурый	Оранжевый	Светло-желтый	Ярко-желтый
ПР	$8,1 \cdot 10^{-19}$	$1,1 \cdot 10^{-12}$	$2,5 \cdot 10^{-14}$	$8,3 \cdot 10^{-17}$	$1,1 \cdot 10^{-9}$

4. Получить контрольную задачу и определить присутствующие катионы.
5. .Описать хроматограммы, сделать выводы.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА МЕТОДАМИ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ СТАТИСТИКИ

Оценка достоверности получаемых результатов имеет первостепенное значение, особенно при работе с малыми количествами веществ. Поэтому результаты экспериментальных данных обрабатывают, используя методы математической статистики. Методы математической статистики применяются для оценки случайных ошибок измерения.

Обработка результатов эксперимента по среднему значению

В процессе эксперимента может быть получено “n” измеренных значений: показаний прибора, значений массы, веса, объема и т.п. Путем проведения измерения и всех последующих расчетов могут быть получены конечные значения измеренных величин – результаты.

Статистической обработке могут подвергаться как измеренные значения, так и результаты. Численные значения, используемые в статистической обработке, называются *вариантами* и обозначаются символом “x”. Если обрабатывается “n” вариант, то можно вычислить:

\bar{x} – среднее для “n” обрабатываемых вариант

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n},$$

Y – дисперсию для “n” вариант

$$Y = \frac{\sum_{i=1}^n x_i - \bar{x}^2}{n-1},$$

или S – стандартное отклонение

$$S = \sqrt{Y} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i - \bar{x}^2}{n-1}}.$$

Дисперсия и стандартное отклонение характеризуют воспроизводимость метода, т.е. рассеяние отдельных вариантов (измеренных значений или результатов) относительно среднего \bar{x} .

При условии отсутствия систематических ошибок оценка правильности определения производится путем вычисления доверительного интервала, внутри которого с заданной степенью надежности “ α ” лежит истинное значение определяемой величины

$$\bar{x} \pm \frac{t_{\alpha,k} \cdot S}{\sqrt{n}},$$

где $t_{\alpha,k}$ – табличная величина (коэффициент распределения Стьюдента), которая табулирована для определяемого значения степени надежности “ α ” и числа степеней свободы k ($k = n-1$). Степень надежности задается самим экспериментатором. Обычно α принимают равным 0,95 или 0,90. Для трех измерений ($k=2$) и $\alpha=0,95$ коэффициент Стьюдента равен 4,3.

Таким образом, полученные экспериментальные данные сводят таблицу.

Представление экспериментальных данных

x_i	n	\bar{x}	S	$\frac{t_{\alpha,k} \cdot S}{\sqrt{n}}$	$\bar{x} \pm \frac{t_{\alpha,k} \cdot S}{\sqrt{n}}$

Применение метода наименьших квадратов для построения градуировочного графика

Для построения градуировочного графика по эталонным растворам может иметь место значительный разброс результатов измерения, особенно при работе с малыми концентрациями веществ. Это затрудняет определение правильного хода градуировочного графика, который может быть в таком случае построен только по методу наименьших квадратов.

Основное положение метода наименьших квадратов заключается в утверждении: “Для лучшей кривой сумма квадратов отклонений минимальна”. Если из каждой экспериментальной точки опустить перпендикуляр на оптимальную кривую, то сумма квадратов отклонений δ должна быть минимальной, т.е.

$$\sum_{i=1}^{i=n} \delta_i^2 = \min. \quad (1)$$

Рассмотрим применение метода наименьших квадратов для построения прямолинейного градуировочного графика.

Уравнение прямой можно записать в следующем виде:

$$y = f(x) = ax + b, \quad (2)$$

где a и b – постоянные (a соответствует тангенсу угла наклона на прямой к оси абсцисс; b – отрезку, отсекаемому этой прямой на оси ординат; x – переменная величина).

Если определить постоянные величины a и b с учетом основного требования метода наименьших квадратов (1), то по экспериментальным точкам x_1, x_2, \dots, x_n можно построить прямую, наилучшим образом удовлетворяющую полученным данным.

Для вычисления величин a и b строят таблицу.

№	x_i	x_i^2	y_i	$x_i y_i$	y_i^2
	$\sum x_i =$	$\sum x_i^2 =$	$\sum y_i =$	$\sum x_i y_i =$	$\sum y_i^2 =$

Постоянные величины a и b рассчитывают по формулам:

$$a = \frac{n \sum_1^n x_i y_i - \sum_1^n x_i \sum_1^n y_i}{n \sum_1^n x_i^2 - (\sum_1^n x_i)^2},$$

$$b = \frac{\sum_1^n x_i^2 \sum_1^n y_i - \sum_1^n x_i \sum_1^n x_i y_i}{n \sum_1^n x_i^2 - (\sum_1^n x_i)^2}.$$

Рассчитанные значения a и b подставляют в уравнение (2), по которому рассчитывают значения y_i для каждого значения x_i . По полученным данным строят градуировочный график.

ЛИТЕРАТУРА

Основная

1. Васильев, В.П. Аналитическая химия: 2 кн. Кн. 2: Физико-химические методы анализа: учеб. для вузов / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2009. – 384с.
2. Васильев, В.П. Аналитическая химия: сборник вопросов, упражнений и задач / В.П. Васильев, Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова. – М.: Дрофа, 2006. – 320 с.
3. Коренман, Я.И. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов: в 4-х кн. Кн. 2: Оптические методы анализа / Я.И. Коренман. – М.: Колосс, 2005. – 288 с.
4. Лурье, Ю.Ю. Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. – М.: Химия, 1989. – 448 с.
5. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия (Аналитика): в 2 кн. Кн. 2: Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: учеб. для вузов / Ю.Я. Харитонов. – М.: Высш. шк., 2010. – 560 с.
6. Харитонов, Ю.Я. Примеры и задачи по аналитической химии: учеб. пособие / Ю.Я. Харитонов, В.Ю. Григорьева. – М.: Гэотар-Медиа, 2009. – 304 с.
7. Цитович, И.К. Курс аналитической химии / И.К. Цитович. – СПб.: Лань, 2007. – 384с.

Дополнительная

8. Основы аналитической химии: в 2 кн. Кн. 1: Общие вопросы. Методы разделения: учебник для вузов / под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2004. – 361с.
9. Основы аналитической химии: в 2 кн. Кн. 2: Методы химического анализа: учеб. для вузов / под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2004. – 503 с.
10. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы: учеб. пособие для вузов / под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – 412 с.
11. Основы аналитической химии: в 2 т. Т. 1 / под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Академия, 2010. – 384 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 1П
**Соответствие окраски раствора цвету светофильтра
 для фотометрических измерений**

Длина волны $\lambda_{\text{погл}}$, нм	Окраска раствора	Цвет светофильтра
380 - 420	Желто-зеленая	Фиолетовый
420 - 440	Желтая	Синий
440 - 470	Оранжевая	Голубой
470 - 500	Красная	Сине-зеленый
500 - 520	Пурпурная	Зеленый
520 - 550	Фиолетовая	Желто-зеленый
550 - 580	Синяя	Желтый
580 - 620	Голубая	Оранжевый
620 - 680	Сине-зеленая	Красный
680 - 780	Зеленая	Пурпурный

Таблица 2П
**Значения коэффициента Стьюдента
 для расчета доверительных интервалов**

Число измерений, n	Число степеней свободы k = n-1	Доверительная вероятность, %				
		80	90	95	99	99,9
2	1	3,08	6,31	12,70	63,7	637
3	2	1,89	2,92	4,30	9,92	31,6
4	3	1,64	2,35	3,18	5,84	12,9
5	4	1,53	2,13	2,78	4,60	8,60
6	5	1,48	2,02	2,57	4,03	6,86
7	6	1,44	1,94	2,45	3,71	5,96
8	7	1,42	1,90	2,56	3,50	5,40
9	8	1,40	1,86	2,31	3,36	5,04
10	9	1,38	1,83	2,26	3,25	4,78

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ПРАВИЛА РАБОТЫ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ.....	4
ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ И ВЕДЕНИЮ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА.....	5
ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА.....	6
Лабораторная работа № 1. Определение концентрации хлороводородной кислоты.....	10
Лабораторная работа № 2. Определение кислотности хлеба или муки.....	12
Лабораторная работа № 3. Определение кислотности пива, вина или сока.....	14
Лабораторная работа № 4. Определение активной кислотности мучной болтушки.....	16
Лабораторная работа № 5. Определение нитрат-ионов и нитратного азота методом потенциометрии с ионселективным электродом.....	17
Лабораторная работа № 6. Определение нитратного азота в техническом образце, почве и сточных водах, в сельскохозяйственных продуктах.....	20
Лабораторная работа № 7. Определение концентрации Ca^{2+} , Mg^{2+} и жесткости воды методом прямой потенциометрии с ионселективными электродами.....	22
ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА (ФОТОМЕТРИЯ).....	24
Лабораторная работа № 8. Фотоколориметрическое определение хрома в хромате калия.....	26
Лабораторная работа № 9. Определение Cu^{2+} в водном растворе.....	28
Лабораторная работа № 10. Определение белков в молоке.....	30
Лабораторная работа № 11. Определение фенола в колбасных изделиях.....	31
Лабораторная работа № 12. Определение содержания Fe^{3+} в питьевой или технологической воде.....	34
Лабораторная работа № 13. Определение содержания Fe^{3+} в соках и белых винах.....	35
РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА.....	38
Лабораторная работа № 14. Определение содержания сахарозы в растворах.....	39

Лабораторная работа № 15. Определение содержания этилового спирта в алкогольных напитках и парфюмерно-косметических товарах.....	40
Лабораторная работа № 16. Определение влажности меда.....	42
Лабораторная работа № 17. Определение качества растительных жиров.....	43
Лабораторная работа № 18. Определение цветности белого сахара..	44
ХРОМАТОГРАФИЯ.....	45
Лабораторная работа № 19. Анализ смеси катионов методом бумажной распределительной хроматографии.....	47
Лабораторная работа № 20. Анализ смеси катионов методом осадительной хроматографии.....	49
ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА МЕТОДАМИ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ СТАТИСТИКИ.....	50
ЛИТЕРАТУРА.....	53
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	54

Редактор В.А. Сорокина

Санитарно-эпидемиологическое заключение № 24.49.04.953.П. 000381.09.03 от 25.09.2003 г.

Подписано в печать .11.2011. Формат 60x84/16. Бумага тип. № 1.

Печать – ризограф. Усл. печ. л. Тираж 110 экз. Заказ № .

Издательство Красноярского государственного аграрного университета
660017, Красноярск, ул. Ленина, 117

