

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 21.09.2023 15:46:39
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра товароведения, технологии и экспертизы товаров

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе
О.Г. Локтионова
«17» 09 2022г.



**МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ СВОЙСТВ СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ
ПРОДУКЦИИ**

Методические указания по выполнению практических работ для
студентов направления 19.04.02 «Продукты питания из растительного
сырья»

Курск 2022

УДК 664 (075,8)
Составители: М.А. Заикина

Рецензент


Кандидат химических наук, доцент А.Е. Ковалева

Методы исследований свойств сырья и готовой продукции:
методические указания по выполнению практических работ / Юго-
Зап. Гос. ун-т; сост.: М.А. Заикина. Курск, 2022. - 47 с. Библиогр.: с.
46 - 47.

Приводится перечень практических работ, цель их выполнения, материальное обеспечение, вопросы для подготовки, краткие теоретические сведения, задания, рекомендуемая литература.

Методические указания предназначены для студентов направления подготовки 19.04.02 «Продукты питания из растительного сырья»

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать. ^{12.01.22} Формат 60x84 1/16.
Усл.печ. л. 2,73 Уч.-изд.л. 2,94. Тираж . Заказ.  Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

| | |
|--|----|
| Практическая работа №3 Определение химического состава, контроль качества и безвредности пищевого сырья методом люминескопии | 28 |
| Практическая работа №4 Определение токсичных элементов (свинца) методом полярографии в пищевых продуктах | 30 |
| Практическая работа №5 Определение массовой концентрации ионов меди, свинца, кадмия и цинка в питьевой воде | 40 |
| Список рекомендательной литературы | 46 |

ВВЕДЕНИЕ

В современных рыночных условиях проблемы определения качества, повышения питательной ценности и потребительских достоинств пищевых продуктов решаются на основе глубокого исследования их состава, физико-химических и реологических свойств с использованием современных методов анализа, т.к. в последнее время широко распространена фальсификация пищевых продуктов и выпуск недоброкачественной продукции.

Организация эффективного аналитического контроля за качеством сырья и продуктов его переработки стимулировала разработку и внедрение различных современных методов анализа. Универсальных методов, пригодных для анализа любых пищевых продуктов или определения в них элементов в широком диапазоне и концентраций, не имеется, поэтому обычно используют аналитические методы в различных сочетаниях.

Ассортимент пищевых продуктов, выпускаемых предприятиями пищевой промышленности, в настоящее время достаточно велик, и развитие отрасли развивается по следующим направлениям:

- совершенствование способов хранения пищевого сырья,
- разработка рациональных способов хранения пищевого сырья готовой продукции
- разработка новых прогрессивных технологий производства продуктов питания,
- улучшение организации торговли пищевыми продуктами и т. д.,

На всех этих стадиях жизненного цикла товаров должен проводиться физико-химический анализ качества продовольственных товаров, поступающий на потребительский рынок.

Современные методы исследования позволяют устанавливать безвредность продуктов в связи с возможным попаданием в них различных химических соединений, применяемых для борьбы с вредителями сельского хозяйства (пестициды), радиоактивных изотопов, а также искусственных красителей, химических консервантов, полициклических ароматических углеводов, тяжелых металлов и т.д.

Применение современных методов исследования пищевых

продуктов дает возможность не только изучить их свойства, качество и пищевую ценность, но и вскрыть изменения состава, не обнаруживаемыми органолептическими или обычными физическими и химическими методами, прогнозировать изменение качества, установить способы хранения и сроки использования.

В структуре названного курса предусматривается изучение физико-химических и количественных характеристик, изменение свойств при различных технологических процессах, основы теории контроля физико-химических свойств продуктов.

Перечисленные проблемы являются неотъемлемым элементом профессиональных знаний, умений и навыков технолога, требуют серьезного изучения проблем качества пищевых продуктов с учетом современных достижений науки и техники и развития нормативно-правовой базы.

В связи с этим целью методических указаний является изучение методов исследования свойств сырья и готовой продукции устройства и принципов работы современных аналитических приборов.

Методики контроля показателей качества и безопасности широко представлены в различных стандартах, научно–технической и учебной литературе. Однако эти методики часто основываются на разных принципах и поэтому при исследовании одних и тех же объектов дают заметные расхождения. Это вызывает необходимость проводить математическую обработку полученных результатов анализа на наличие ошибок и сходимости данных, полученных разными методами и в различных лабораториях. Поэтому в методических указаниях приводятся методы математической обработки получаемых данных.

ПРАВИЛА ОФОРМЛЕНИЯ РАБОТ

1. Отчеты по каждой теме работы оформляются в тетради по практическим работам, которую студенты сохраняют и предоставляют при сдаче зачета.

2. В отчете указывается дата, номер и название работы, цель ее выполнения, объекты и результаты исследования. После каждого задания должно быть сделано заключение с обобщением, систематизацией или обоснованием результатов исследований.

3. Каждую выполненную работу студент защищает в течение учебного семестра.

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 1 **ИЗУЧЕНИЕ СУЩЕСТВУЮЩИХ МЕТОДИК ОЦЕНКИ** **КАЧЕСТВА СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ**

Цель работы: изучить методики оценки качества сырья и готовой продукции.

Краткие теоретические сведения

1. Организация и методика органолептических испытаний.

Качество пищевых продуктов определяют физическими, химическими и органолептическими методами.

Органолептическим (сенсорным) методом определяют качество пищевых продуктов при помощи органов чувств – зрения, обоняния, осязания, вкуса. Точность и достоверность числовых значений показателей качества установленных органолептическим методом зависит от квалификации, навыков и способностей оценщика (дегустатора), а также от условий проведения анализа.

Для органолептической оценки необходимо иметь специальные помещения – лаборатории сенсорного анализа. Лаборатория должна быть среднего размера (13-20 м²), изолированной от посторонних запахов и шума, иметь постоянную температуру 18-20⁰С, относительную влажность воздуха 70-75 % и хорошее освещение. Рабочие места в ней должны быть организованы таким образом, чтобы оценщики могли работать, не мешая друг другу. При лаборатории должно быть помещение с раковиной-умывальником, сушилкой для посуды, термостатом для поддержания определенной температуры проб, подготовленных к анализу, холодильником для хранения проб и другим оборудованием.

Как правило, в органолептической оценке участвует нечетное число специалистов (от 5 до 11 человек), на предприятиях ее может осуществлять один человек. Во избежание предвзятого отношения к качеству изделий при групповой оценке пробы, предназначенные для анализа, должны быть с закрытой этикеткой и учетным номером,

известным только лицу, ведающему образцами.

Органолептическая оценка осуществляется в следующей последовательности:

- предварительно оценщик должен ознакомиться с сопроводительными документами, показателями качества, по которым необходимо оценивать изделия, а также с системой оценки;
- сначала осуществляется наружный осмотр образца, если продукт упакован, то оценивают упаковку и ее сохранность;
- после этого определяют внешний вид, форму, цвет, запах, консистенцию, вкус, разжевываемость и др.

Внешний вид характеризует общее зрительное впечатление о продукте.

Цвет – впечатление, вызванное отраженными световыми лучами видимого света.

Запах является впечатлением, возникающим при возбуждении рецепторов обоняния, расположенных в ротовой полости. Интенсивность запаха зависит от количества летучих веществ, выделяемых из продукта и их химической природы. Для лучшего восприятия запаха создают условия, способствующих испарению летучих веществ, например, увеличивают поверхность продукта или повышают его температуру.

Консистенцию определяют прикосновением к продукту рукой; легким прощупыванием его пальцами, нажатием, надавливанием (консистенция теста, свойства клейковины, мякиша хлеба), по густоте при помешивании и т.д.

Вкус – это чувство, возникающее при возбуждении вкусовых рецепторов, расположенных на слизистой оболочке языка. Вкус вызывают вещества, растворимые в воде или слюне, на вкусовые ощущения влияют также консистенция и запах продукта.

Комплексное впечатление вкуса, запаха и осязания при распределении продукта в полости рта характеризует его вкусность.

Различают 4 основных вкуса: горький, кислый, сладкий и соленый. Они образуют сложные вкусы – кисло-сладкий, кисло-соленый, сладковато-горький и т.д.

Вкусовые ощущения могут быть следующих видов: вяжущие, терпкие, едкие, клейкие, освежающие, жгучие, маслянистые, мучнистые.

Вкус и вкусовые ощущения зависят от температуры продукта.

Сладкий вкус лучше проявляется при температуре 37⁰С, соленый – при 18⁰С, горький - при 10⁰С. При 0⁰С вкусовые ощущения резко ослабляются или исчезают. Поэтому вкус продукта рекомендуется определять при 20-40⁰С.

Для органолептической оценки качества изделий используются различные системы балльных оценок. Разработаны 10-и, 20-и, 30-и и 100 балльные системы. Наибольшее применение нашла 20 балльная система. При этом каждый показатель в соответствии с требованиями стандартов оценивается по пяти уровням качества:

5 баллов - отличное качество, очень хорошее;

4 балла - хорошее;

3 балла - удовлетворительное;

2 балла – едва удовлетворительное;

1 балл – неудовлетворительное.

Для каждого показателя качества вводится коэффициент весомости. Количество баллов по каждому показателю умножается на коэффициент весомости и результаты складываются и по этой сумме определяют категорию качества:

Отличное – 20-17,6 баллов

Хорошее – 17,5-15,2 балла

Удовлетворительное – 15,1 – 13,2 балла

Едва удовлетворительное – 13,1 – 11,2 балла

Неудовлетворительное - ниже 11,2 балла.

При органолептической оценке качества вначале анализируются менее сдобные изделия. Оценщики должны быть не голодными, но и не очень сытыми, примерно через 2-3 часа после еды.

Органолептическая оценка качества по балльной системе проводится группой оценщиков при создании новых видов изделий, внедрении новых технологических схем производства, проведении конкурсов качества на разных уровнях (заводских, городских, областных и т.д.).

На предприятиях результаты органолептической оценки сырья и готовых изделий по каждому показателю сравнивают с характеристикой, указанной в соответствующем стандарте, а результаты оценки полуфабрикатов сравнивают с установленными на предприятии.

Если по органолептическим показателям продукт окажется недоброкачественным, то дальнейший анализ его не проводят, а бракуют.

Органолептические показатели качества сырья, полуфабрикатов и готовых изделий.

Для всех видов сырья, полуфабрикатов и готовых изделий наряду с физико-химическими показателями нормируются органолептические показатели качества.

Основными органолептическими показателями качества всех видов сырья, полуфабрикатов и готовых изделий являются вкус, запах, которые должны быть свойственными каждому виду продуктов, без постороннего, а также цвет, характерный для каждого пищевого продукта. Кроме этих показателей нормируются показатели характерные для отдельных видов.

Основные органолептические показатели, нормируемые для различных видов сырья, полуфабрикатов, предлагаются в таблице 1.

При проведении любого физико-химического анализа пищевого продукта от исполнителя требуются знание методики и опыт работы, а при органолептической оценке считается, что достаточно иметь органы чувств и не обладать никакими специальными методическими знаниями.

Но люди, которые проводят органолептическую оценку пищевых продуктов, должны специально подбираться и обучаться.

Таблица 1 - Органолептические показатели, нормируемые для различных видов сырья, полуфабрикатов, готовых изделий

| Наименование | Органолептические показатели |
|----------------------|--|
| 1 | 2 |
| Мука | Вкус, цвет, запах, наличие минеральных примесей (хруст) |
| Дрожжи хлебопекарные | Вкус, цвет, запах, консистенция, внешний вид (для сушеных дрожжей) |
| Соль поваренная | Вкус, цвет, запах |
| Вода | Вкус, цвет, запах, мутность |
| Патока крахмальная | Вкус, цвет, запах, консистенция, прозрачность |
| Мед | Вкус, цвет, запах, консистенция, прозрачность |
| Сахар | Внешний вид, вкус, цвет, запах, блеск |
| Молоко | Вкус, цвет, запах |
| Солод | Вкус, цвет, запах |
| Жиры твердые | Вкус, цвет, запах, прозрачность, консистенция |
| Масла растительные | Вкус, цвет, запах, прозрачность |

| | |
|--------------------------------|--|
| Мороженные яичные продукты | Консистенция, цвет, запах, вкус |
| Полуфабрикаты | |
| Хлебопекарного производства | Внешний вид, состояние поверхности, объем, разрыхленность, консистенция, вкус, запах, цвет, промес, структура |
| Готовые изделия | |
| Хлебобулочные изделия | Внешний вид: форма, состояние поверхности, окраска корок; состояние мякиша: пропеченность, промес, пористость, эластичность, свежесть, цвет; вкус, запах |
| Бараночные изделия | Форма, окраска, состояние поверхности, хрупкость, вкус, запах |
| Сухари сдобные пшеничные | Форма, окраска корок, хрупкость, состояние поверхности, вкус, запах, наличие горбушек и лома |

Дегустаторы должны изучить методику органолептической оценки пищевых продуктов, в соответствии с установленными стандартами. Перед оценкой дегустаторы должны ознакомиться с качественными свойствами, по которым необходимо оценивать продукцию, а также с системой оценки.

Дегустаторы должны пройти предварительную проверку чувствительности органов вкуса и обоняния, то есть сенсорной чувствительности. Установлено, что около 16 % людей не могут различать четыре основных вида вкуса, то есть они являются «дальтониками по вкусу».

Лица, не выдержавшие испытания на «вкусовой дальтонизм», в дальнейшем к органолептической оценке не допускаются.

После отбора дегустаторов, признанными годными для участия в органолептическом анализе организуется дегустационный совет, который оценивает качество продукции при внедрении новых технологических схем производства, проведении конкурсов качества на разных уровнях (заводских, городских, областных и т.д.), при создании новых видов изделий.

1.2 Методы определения массовой доли влаги и сухих веществ в пищевых продуктах

Методы определения массовой доли влаги

Каждый пищевой продукт содержит некоторое количество влаги. Влажность – очень важный показатель качества сырья, полуфабрикатов и готовых изделий.

Более сухие продукты имеют большую калорийность и долго сохраняются без порчи. От влажности сырья зависит выход готовых

изделий и количество воды, необходимое для замеса теста.

Влажность полуфабрикатов влияет на их физические свойства, состояние бродильной микрофлоры и др.

Определение массой доли влаги продукта является одновременно определением содержания сухих веществ, и наоборот. Так, если влажность муки равна 15%, то содержание сухих веществ составит $100-15=85\%$. В продуктах, имеющих консистенцию твердого тела (хлеб, мука, сахар), нормируется влажность, в жидких веществах (молоко, патока) и в растворах принято определять содержание сухих веществ.

Методы определения влаги разнообразны (электрометрические, химические, термические и др.).

Электрометрические методы подразделяются на кондуктометрические и электроемкостные.

Кондуктометрический метод основан на том, что с повышением влажности продукта его электропроводность возрастает, и наоборот. Кондуктометрический влагомер ВП-4 широко используется для определения влажности зерна, однако этот метод дает лишь приблизительные результаты, так как на электропроводность продукта, кроме влажности, влияют и другие факторы, например содержание электролитов в исследуемом веществе.

Электроемкостный метод основан на зависимости между влажностью продукта и его диэлектрической проницаемостью.

Химические методы определения влаги основаны на том, что вся влага продукта во время анализа реагирует с каким-либо веществом, например с карбидом кальция (CaC_2):



Измеряя количество выделившегося ацетилена, определяют количество влаги в продукте. Термические методы определения массовой доли влаги предусматривают высушивание навески продукта и последующее взвешивание сухого остатка. По разности между массой навески (M) и массой сухого вещества (M_1) определяют количество испарившейся влаги. Массовую долю влаги продукта W , %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{M - M_1}{M} \cdot 100$$

Термические методы определения массовой доли влаги нашли наиболее широкое применение в технохимическом контроле пищевых производств, однако следует учитывать, что при высушивании навески химический состав сухого вещества продукта изменяется, что несколько искажает результаты анализа. Это объясняется тем, что вместе с влагой при высушивании из навески удаляются летучие вещества (спирты, эфиры и др.) и происходит частичное термическое разложение продукта, отчего масса сухого остатка уменьшается. Гидролиз некоторых веществ продукта и процессы окисления (например, окисление непредельных жирных кислот) увеличивают массу сухого остатка.

Для того, чтобы результат определения влаги был близок к истинному, следует сводить к минимуму процессы, изменяющие массу сухого остатка во время высушивания.

Определяя массовую долю влаги, навеску продукта высушивают в электросушильных шкафах с терморегуляторами.

В ТХК хлебопекарного, кондитерского и макаронного производства применяются обычно сушильные шкафы СЭШ – 1 и СЭШ – 3М. они имеют круглый корпус с термоизоляцией, автоматический терморегулятор, поворотный стол с 10-ю гнездами для бюксов и электронагревателем. Шкаф СЭШ - 3 М снабжен вентилятором, ускоряющим испарение влаги из анализируемой навески.

Для определения массовой доли влаги применяются металлические бюксы диаметром 48 мм и высотой 20 мм. Бюксы должны быть чистыми, сухими, тарированными: их хранят в эксикаторе, на дне которого находится хлористый кальций, хорошо поглощающий влагу.

Анализируемый продукт перед высушиванием обычно измельчают, чтобы увеличить поверхность испарения. При высушивании вязких веществ (крем, воздушное тесто, творог и т.д.), которые при высушивании образуют корочку, сушат с добавлением чистого кварцевого песка. Применяются 3 основных варианта термического метода определения массовой доли влаги:

арбитражный, ускоренный и экспрессный.

Арбитражный метод – высушивание до постоянной массы – навеску высушивают в сушильных шкафах в бюксах при температуре 100-105⁰С до постоянной массы. При этом бюксы с навеской сушат вначале 3-5 часов, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Затем несколько раз повторяют высушивание в течение 30-90 минут с последующим охлаждением и взвешиванием, пока масса навески не будет постоянной, то есть разница между двумя последовательными определениями будет не более 0,0004 г. (Взвешивают на аналитических весах).

Этот метод точный, но очень длительный, поэтому применяется редко, только в спорных случаях.

Ускоренный метод – навеску высушивают в сушильном шкафу в бюксах при температуре 130⁰С в течение 40-50 минут.

Этот метод более быстрый. Большинство стандартных методов определения массовой доли влаги относится к ускоренным. Поэтому этот метод часто называют стандартным.

Экспрессный метод – высушивание навески сырья, полуфабрикатов или готовой продукции в приборе ВНИИХП – ВЧ (прибор Чижовой) при температуре 160⁰С в течение 3-10 минут в бумажных пакетах. ВНИИХП – ВЧ состоит из двух массивных металлических плит круглой или прямоугольной формы, скрепленных шарнирно и терморегулятора. Внутри плит имеются электронагреватели. Бумажные пакеты готовят из фильтрованной или слабопроклеенной бумаги (типа газетной). Для чего вырезают квадратные листы размером 16×16 см. при высушивании в приборе круглой формы их сгибают по диагонали на 1,5-2 см, при применении прибора прямоугольной формы их сгибают пополам и загибают края прямоугольника также на 1,5-2 см. Определяя массовую долю влаги отвешивают на технических весах в пакет навеску продукта, распределяют ее тонким слоем внутри пакета и закрывают пакет. Также подготавливают второй образец. Между нагретыми до 160⁰С плитами помещают одновременно два пакета с навесками и высушивают 3-10 минут, после чего охлаждают 3-4 минуты в эксикаторе и взвешивают. Быстрое обезвоживание материала в приборе Чижовой обеспечивается прямым контактом пакета с горячими плитами и сильным тепловым действием инфракрасных

лучей, выделяемых нагревателями. Такие лучи способны проникнуть в глубь вещества на 3-4 мм, что ускоряет высушивание.

Этот метод быстрый, но менее точный, поэтому применяется в основном для внутризаводского контроля.

Методы определения массовой доли сухих веществ

Массовая доля веществ сухих в продуктах выражается в массовых процентах (г/100 г раствора) или массобъемных процентах (г/100 дм³ раствора).

Массовую долю сухих веществ можно определить прямым способом (высушивание навески и взвешивание сухого остатка) и косвенными методами: по относительной плотности вещества или показателю преломления света, так как эти физические величины пропорциональны концентрации сухих веществ.

Определение сухих веществ прямым способом дает точный («истинный») результат, но занимает много времени; косвенные методы обеспечат истинный результат лишь в том случае, если испытуемый раствор содержит только одно вещество, свободное от примесей. Определяя косвенными методами массовую долю сухих веществ в растворах, содержащих примеси, получают так называемый «видимый» результат, отличающийся от истинного в ту или иную сторону. Это объясняется тем, что примеси имеют другую относительную плотность и другие коэффициенты преломления, чем основное вещество, на определение которого рассчитан тот или иной косвенный метод.

Так, например, если мы определяем концентрацию чистого сахарного сиропа по показателю преломления, то получим истинный результат, хотя и пользуемся косвенным методом, если же исследовать этим методом патоку, содержащих смесь различных сахаров и декстринов, то результат даст «видимое» содержание сухих веществ. Для того чтобы уменьшить ошибку, неизбежную при видимом определении сухих веществ, вводят поправки к результатам, установленные опытным путем. Чем меньше примесей содержит испытуемый раствор, тем меньше будет отклонение «видимых» сухих веществ от истинных.

Массовая доля сухих веществ в производстве пищевых продуктов определяют в основном по относительной плотности и с помощью рефрактометра.

Определение массовой доли сухих веществ по относительной плотности.

Плотность вещества ρ , кг/м³ или объемная масса - это отношение массы (m) к его объему (v)

$$\rho = \frac{m}{v}$$

Относительная плотность вещества – отношение плотности испытуемого вещества к плотности воды температурой 4 или 20⁰С. относительную плотность определяют ареометром или пикнометром. Относительная плотность величина безразмерная и обозначается символом $d \frac{20}{4}$ (когда температура воды 4⁰С) или $d \frac{20}{20}$ (когда температура воды и продукта одинакова и равна 20⁰С).

Ареометр – это стеклянный цилиндрический сосуд, запаянный с обоих концов. На верхней тонкой части ареометра («шейка») нанесена шкала с делениями; нижняя утолщенная часть заполнена дробью, залитой смолкой. Если шкала градуирована по плотности, ареометр называется «денсиметром». Применяются также ареометры, шкала которых градуирована в процентах чистой сахарозы (сахарометры) или спирта (спиртометры).

Все ареометры градуированы при температуре 20⁰С. если температура раствора иная, ее нужно привести к 20⁰С или вводить поправку к результату, пользуясь особой таблицей, что несколько уменьшает точность результата.

Пикнометр – это тонкая стеклянная мерная колбочка емкостью 25-50 см³. Определяя относительную плотность жидкости пикнометром, взвешивают на аналитических весах чистый и сухой пикнометр (P_0), затем, наполнив пикнометр выше метки дистиллированной водой температурой 20⁰С, после чего доводят уровень воды в ареометре до мерной черты, удаляя излишек ее кусочками фильтрованной бумаги. Затем пикнометр вынимают из воды, досуха обтирают фильтрованной бумагой и взвешивают (P_1). Определение повторяют дважды, чтобы вывести средний результат. Далее выливают воду, несколько раз ополаскивают пикнометр испытуемым раствором и затем повторяют операции, указанные выше. Определив массу пикнометра с раствором (P_2), вычисляют

относительную плотность жидкости по формуле

$$d \frac{20}{20} = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0}$$

После этого по справочной таблице находят массовую долю сухих веществ в жидкости. Определение сухих веществ пикнометром более точно, но и более длительно, чем ареометром.

Определение массовой доли сухих веществ рефрактометром

Рефракцией называется явление преломления света. Оно заключается в том, что световой луч (L), переходя из одной среды в другую, частично отражается (R), а частично изменяет свое направление (L₁) (преломляется), если оптическая плотность сред различная. Коэффициентом (показателем) преломления или рефракции (n) называется отношение синуса угла падения луча α к синусу угла преломления β

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

Коэффициент преломления – характерная константа данного вещества, зависящая только от длины волны светового луча и температуры, так как с изменением температуры меняется и оптическая плотность среды. Коэффициент рефракции раствора зависит от его концентрации. На этой зависимости основан рефрактометрический метод определения содержания сухих веществ в растворах.

Приборы, применяемые для измерения показателей преломления, называют рефрактометрами. В теххимическом контроле хлебопекарного производства применяются различные рефрактометры (лабораторный, пищевой, прецизионный, универсальный и др.). На измерительную призму помещают каплю испытуемой жидкости. На границе раздела призма – жидкость происходит преломление света. Все рефрактометры имеют зрительную трубу с окуляром, в поле зрения которого находится шкала, показывающая значение самого коэффициента преломления. Перед началом работы проверяют правильность показаний рефрактометра. Для этого на призму рефрактометра помещают дистиллированную воду, показатель преломления которой 1,333 при температуре 20⁰С.

Рефрактометр пищевой лабораторный РПЛ-3 предназначен для

определения показателей преломления жидкостей и содержания сухих веществ по сахарозе в пищевых продуктах. Пределы измерения показателей преломления 1,30-1,54, а пределы измерения содержания сухих веществ (в % сахарозы) от 0 до 95.

Прецизионный рефрактометр – модели РПИ-1 и РПЛ-2 применяются для определения содержания сухих веществ в растворах в пределах до 30%.

Рефрактометр ИРФ-22 предназначен для измерения коэффициента преломления жидких и твердых тел в диапазоне 1,3-1,7.

1.3 Методы определения кислотности и щелочности в пищевых продуктах

Сырье, полуфабрикаты и готовые изделия пищевой промышленности, как правило, имеют кислую реакцию. В каждой среде различают истинную (активную) и общую (титруемую) кислотность. Истинная кислотность характеризуется концентрацией ионов водорода и выражается величиной рН. Если рН больше 7, среда имеет щелочную реакцию, если рН меньше 7 – реакция среды кислая.

Общая (титруемая) кислотность характеризуется суммарным содержанием кислот и кислотореагирующих веществ, как распавшихся на ионы, так и недиссоциированных. Общая кислотность большинства продуктов измеряется в градусах кислотности. Под градусом кислотности понимается количество см³ раствора щелочи молярной концентрацией 1 моль/дм³ пошедшего на нейтрализацию кислот и кислотореагирующих веществ в 100 г продукта. Кислотность некоторых продуктов выражается в пересчете на кислоту, преобладающую в продукте. Так кислотность дрожжей прессованных измеряется числом миллиграммов уксусной кислоты в 100 г дрожжей.

Щелочную реакцию имеют кондитерские изделия, приготовленные с применением химических разрыхлителей (печенье, пряники, кексы). Общая щелочность определяется так же, как и общая кислотность, но для титрования используется раствор соляной или серной кислоты. Щелочность изделий не должна превышать 2 градуса, т.к. высокая щелочность придает изделиям солоно-горький вкус, вызывает потемнение изделий, ухудшает пищеварение.

Для пищевых продуктов нормируют не активную, а общую кислотность, так как она легко определяется простым титрованием.

Кислотность, особенно активная, оказывает значительное влияние на интенсивность коллоидных, микробиологических и ферментативных процессов, происходящих в полуфабрикатах и сырье.

Для сырья титруемая кислотность характеризует его свежесть, это также внешний показатель, характеризующий качество полуфабрикатов. По нарастанию титруемой кислотности можно судить о том, как протекал процесс созревания, что важно для установления готовности теста или опары.

По величине титруемой кислотности готового теста судят о кислотности хлеба и его вкус.

Активную кислотность определяют колориметрическими и электрометрическими методами.

Колориметрическим методом рН определяется с помощью универсальной индикаторной бумаги.

Для определения рН электрометрическими методами применяются потенциометры с использованием пары электродов: хлор-серебрянного (электрод сравнения) и стеклянного (измерительного). При погружении измерительного электрода в испытуемый раствор между ним и электродом сравнения возникает электродвижущая сила. Эта сила измеряется потенциометром и выражается показателем рН.

В настоящее время для определения величины рН применяются рН-метры, у которых шкала проградуирована в единицах рН. В исследованиях используются приборы типа рН-340, рН-125, портативный рН-метр типа «рН-1014» и др.

Общую (титруемую) кислотность определяют по:

- водно-мучной суспензии, для чего готовят суспензию из определенного количества продукта и воды и титруют раствором щелочи в присутствии 3-5 капель 1 или 3% спиртового раствора фенолфталеина до розового окрашивания;

- по водной вытяжке или по водно-спиртовому экстракту, которые готовят путем фильтрования суспензии;

Щелочность определяют в основном по водному экстракту.

Кислотность и щелочность темноокрашенных продуктов

определяют электрометрическим титрованием с помощью специального ионометра.

1.4 Методы определения массовой доли жира в пищевых продуктах

Массовая доля жира нормируется для многих хлебобулочных, кондитерских и других пищевых продуктов, в рецептуру которых входят жиры. Наличие жира в продуктах придает им специфический вкус, аромат, повышает пищевую ценность, хлебобулочные изделия имеют более высокий объем, лучшую структуру и реологические свойства мякиша.

Все методы определения массовой доли жира основаны на экстракции его каким-либо растворителем (хлороформ, серный эфир и др.) из навески продукта, затем в полученном растворе жира определяют количество жира.

Для определения массовой доли жира в хлебобулочных изделиях согласно ГОСТ 5668 применяются следующие методы:

- прямой – экстракционный с предварительным гидролизом навески (арбитражный) и экстракционно-весовой (ускоренный);
- косвенный – рефрактометрический.

Экстракционный метод с предварительным гидролизом навески основан на извлечении жира из навески продукта, предварительно гидролизованной, растворителем жира (хлороформом) и определения количества жира взвешиванием после удаления растворителя из определенного объема полученного раствора. Этот метод наиболее точный, является арбитражным, но длительный.

Экстракционно-весовой метод (ускоренный) основан на воздействии безводной углекислой соды (Na_2CO_3) на анализируемый образец, экстракции в специальной ступке-экстракторе при интенсивном растирании в органическом растворителе и фильтрации раствора под нагнетанием воздуха. Содержание жира определяют взвешиванием после удаления растворителя из определенного объема, полученного раствора, с последующим взвешиванием. Метод более быстрый, но менее точный.

Рефрактометрический метод определения массовой доли жира (ускоренный) основан на извлечении жира из навески изделия соответствующим растворителем. Содержание жира в изделии

определяют по разности коэффициента преломления растворителя и раствора жира в растворителе. Коэффициент преломления растворителя и раствора жира в растворителе определяют с помощью рефрактометра ИРФ-22. Чем больше жира содержится в растворе жира в растворителе, тем ниже его коэффициент преломления. На этой зависимости основана формула для подсчета массовой доли жира в продукте.

Бутирометрический метод (ускоренный) основан на растворении исследуемой навески изделия в растворе серной кислоты концентрацией 60% с последующим отделением слоя жира в молочном бутирометре центрифугированием в присутствии изоамилового спирта, который образует с серной кислотой изоамилово-серный эфир, уменьшающий величину поверхностного натяжения жировых шариков и способствующих слипанию их в единый жировой слой. Объем увеличивающегося жира измеряют в градуированной части бутирометра.

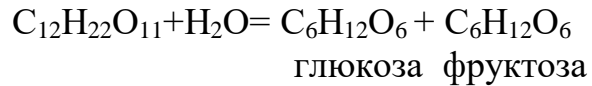
1.5 Методы определения массовой доли сахара в пищевых продуктах

Сахар является основным сырьем кондитерских изделий, входит в рецептуру булочных, сдобных, бараночных, сухарных и других изделий. Добавление сахара в тесто для хлебобулочных изделий оказывает влияние на интенсивность брожения, качество готовых изделий: вкус, аромат, окраску, пищевую ценность.

В состав пищевых продуктов входят различные сахара. Пищевые продукты содержат главным образом моносахара (глюкоза, мальтоза, галактоза). Для большинства продуктов нормируется суммарное содержание сахаров (общий сахар), а для некоторых продуктов (карамель, патока и др.) нормируется содержание редуцирующих сахаров.

Редуцирующие сахара способны легко окисляться в щелочной среде, восстанавливая при этом другие вещества. Все перечисленные выше сахара (за исключением сахарозы) обладают редуцирующей способностью, так как они содержат альдегидные или кетонные группы, которые легко окисляются в карбоксильные.

Сахароза не является редуцирующим сахаром, так как не содержит свободных гидроксильных групп. Сахароза превращается в редуцирующие сахара только после гидролиза (инверсии)



Содержание массовой доли сахаров в продуктах определяют физическими, химическими и биологическими методами.

К физическим методам определения массовой доли сахаров относятся поляриметрический, фотоэлектроколOMETрический.

Поляриметрический метод основан на оптической активности сахаров, то есть на способности их растворов вращать плоскость поляризации светового луча.

ФотоэлектроколOMETрический метод основан на зависимости оптической плотности растворов (способности поглощать свет) от концентрации сахара. Зависимость эта прямо пропорциональна.

Биологический метод определения массовой доли сахара основан на сбраживании дрожжами сахаров продукта и учета количества выделившегося при этом диоксида углерода, которое эквивалентно содержанию сахара.

Наибольшее применение в хлебопекарной отрасли нашли химические методы, которые основаны на способности редуцирующих сахаров окисляться в щелочной среде, восстанавливая при этом другие химические вещества.

Химических методов определения массовой доли общего сахара и редуцирующих сахаров довольно много. В соответствии с ГОСТ 5672 массовую долю общего сахара в хлебобулочных и сдобных изделиях определяют следующими методами: перманганатным (арбитражным), ускоренным - йодометрическим или методом горячего титрования.

Перед определением сахара необходимо подготовить пробу для анализа, т.е. приготовить из навески продукта раствор с определенной концентрацией сахара, свободный от нес сахаров, искажающих результат определения.

Определяя общий сахар, нужно провести инверсию сахарозы. Если анализируют жидкий продукт (сироп, мед), то при подготовке навеску разводят водой до определенного объема, из продукта твердой консистенции в мерной колбе готовят водную вытяжку. Навеска должна иметь такую массу, чтобы ее раствор или вытяжка содержали от 0,1 до 0,5% сахарозы (на такую концентрацию сахара рассчитана концентрация рабочих реактивов). Для расчета навески

надо знать ориентировочно содержание сахара в продукте или объем мерной колбы, в которой готовится вытяжка или раствор.

Многие несакхара пищевых продуктов (белки, дубильные вещества и др.) обладают восстанавливающей способностью, и поэтому присутствие их в растворе будет искажать результат анализа.

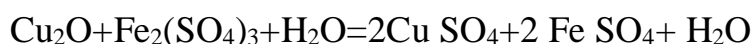
Осаждение несакхаров обычно проводят раствором сернокислого цинка вместе с раствором едкого натра. Прилив осадитель к испытуемому раствору, находящемуся в мерной колбе, через несколько минут доводят объем жидкости до метки, перемешивают и фильтруют.

Определяя содержание общего сахара, определенную часть фильтрата инвертируют, нагревая с небольшим количеством соляной кислоты, катализирующей инверсию. После инверсии кислоту нейтрализуют, так как определение сахаров возможно только в щелочной среде.

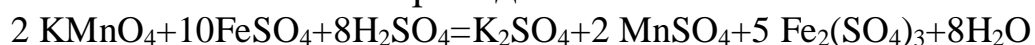
В теххимическом контроле хлебопекарного производства для определения сахаров применяют методы, в некоторых окислителем служит жидкость Фелинга, состоящая из двух реактивов, смешиваемых перед самым определением: фелинг I – раствор сернокислой меди и фелинг II – щелочной раствор сегнетовой соли (калий-натрий виннокислый).

При соединении этих растворов вначале образуется гидрат окиси меди, который сразу переходит в растворимое комплексное соединение меди с сегнетовой солью, имеющее интенсивно синий цвет. Затем добавляют испытуемый раствор и кипятят смесь. Сахара окисляются за счет кислорода, содержащегося в комплексном соединении меди, Cu_2O , и выпадают в осадок красно-бурого цвета.

Метод основан на определении количества закиси меди, выпавшей в осадок. Осадок закиси меди растворяют в сернокислом окисном железе:



При этом медь окисляется и переходит в окисную, а железо восстанавливается, т.е. переходит из трехвалентного в двухвалентное. Затем содержимое быстро титруют раствором перманганата калия и железо из закисного снова переходит в окисное.



Количество KMnO_4 , пошедшее на титрование, эквивалентно количеству меди, восстановленной сахаром. Перманганатным метод более точный.

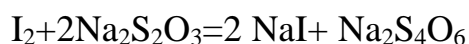
1.3.2 Йодометрический метод определения массовой доли сахара

Основан на том, что при кипячении испытуемого раствора с жидкостью Фелинга, жидкость Фелинга берется в избытке, часть меди остается в окисной форме.

Для определения избыточного количества окисной меди в смесь добавляют йодистый калий



Количество выделившегося свободного йода, эквивалентно содержанию окисной меди. Йод титруют раствором тиосульфата натрия



Количество тиосульфата натрия, пошедшее на титрование, эквивалентно содержанию окисной меди. Затем таким же образом проводят контрольный опыт, заменяя анализируемый раствор равным объемом дистиллированной воды. В этом случае вся медь, находящаяся в растворе, будет находиться в окисной форме, свободного йода выделится значительно больше и соответственно на титрование затратится большее количество раствора тиосульфата. О количестве меди, восстановленной сахаром, судят по разности объемов раствора тиосульфата натрия концентрацией $0,1$ моль/дм³, пошедшего на титрование йода после взаимодействия со всей двухвалентной медью, взятой для определения (контрольная проба) и той, что осталась после взаимодействия с редуцирующим сахаром.

Задания.

Задание 1. Изучить последовательность органолептической оценки.

Задание 2. Изучить какие основные органолептические показатели нормируются для:

- сырья;
- полуфабрикатов;
- готовых изделий.

Задание 3. Укажите методику и дайте сравнительную характеристику определения массовой доли влаги:

- высушиванием до постоянной массы;
- ускоренного метода;
- арбитражного метода.

Задание 4. Укажите сущность определения содержания сухих веществ:

- с помощью ареометра;
- с помощью пикнометра;
- с помощью рефрактометра.

Задание 5. Изучить методы определения кислотности и щелочности продуктов. Дайте краткую характеристику каждого метода.

Задание 6. Изучить сущность определения массовой доли жира экстракционно-весовым методом и рефрактометрическим методом.

Задание 7. Изучить методы для определения массовой доли сахара в пищевых продуктах.

Контрольные вопросы.

1. С помощью чего определяют органолептические показатели продуктов?
2. Условия, создаваемые для органолептической оценки продуктов.
3. Почему важно подбирать и готовить дегустаторов?
4. Назовите основные виды вкуса.
5. Каков порядок определения вкуса, запаха, цвета продуктов?
6. Технологическое значение влажности продуктов.
7. Какова взаимосвязь между содержанием влаги и сухих веществ в продуктах?
8. Какие методы определения массовой доли влаги нашли более широкое применение в ТХК пищевых продуктов?
9. В чем сущность термических методов определения массовой доли влаги?
10. Для каких продуктов нормируется содержание влаги, для каких содержание сухих веществ?

11. Какие виды кислотности продуктов различают?
12. Чем характеризуется общая и истинная кислотность?
13. В каких единицах измеряется общая и истинная кислотность продуктов?
14. Каково технологическое значение кислотности сырья, полуфабрикатов, готовой продукции?
15. Для каких изделий нормируется щелочность? Почему?
16. Каково влияние содержания жира в продуктах на качество и пищевую ценность?
17. На чем основаны методы определения массовой доли жира в продуктах?
18. Какие требования предъявляются к коэффициенту преломления растворителя жира?
19. Какие меры безопасности необходимо соблюдать при работе с растворителями жира?
20. Дайте сравнительную оценку методов определения массовой доли жира в продуктах.
21. Какие сахара содержатся в пищевых продуктах?
22. Что такое редуцирующие сахара?
23. Каким методом сахарозу переводят в редуцирующие сахара?

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДОБРОКАЧЕСТВЕННОСТИ СЫРЬЯ МЕТОДОМ ЛЮМИНОСКОПИИ

Цель работы: определить степень свежести пищевых продуктов, определить сортовую принадлежность пищевых продуктов.

Материальное обеспечение:

1. Сырье: яйца, картофель, мука разных видов и сортов, мед, печенье, масло сливочное, маргарин.
2. Оборудование и материалы: люминоскоп ЛПК-1, лоток, нож.

Краткие теоретические сведения

Люминесцентный метод основан на наблюдении флюоресценции (свечения) интересующего объекта. Он широко применяется в сельском хозяйстве, пищевой промышленности,

медицине и т.д. При измерении флюоресценции овощей, фруктов, мяса позволяет обнаружить начало гниения их на такой ранней стадии, когда оно неуловимо обычными методами. Сокращается брак консервов в результате применения люминисцентного анализа для отбора консервируемых овощей и фруктов, при установлении порчи рыбы и мяса. С помощью люминоскопии устанавливается безвредность пищевых продуктов.

Различные методы и приемы анализа используются в зависимости от поставленных целей и задач исследования, способов возбуждения и регистрации люминесценции, взаимного расположения источника возбуждения и регистрирующего прибора.

Различают такие две группы люминесцентных методов:

- люминесцентные методы обнаружения
- физико-химические люминесцентные методы

Люминесцентные методы обнаружения, в основном, используются как качественные экспрессные тест-методы, т.к. они не требуют количественных измерений и связанных с ними усложнений.

К группе физико-химических методов относят методы по определению качественного и количественного состава продуктов, структуры и свойств отдельных компонентов.

Устройство и принцип действия люминоскопа.

Люминоскоп ЛПК –1 предназначен для определения качества некоторых пищевых продуктов, принадлежности мяса к определенному виду животных, его доброкачественности, проведения экспертизы масел, жиров, меда и других продуктов.

Прибор разделен на две камеры: осветительную и измерительную. Для выделения возбуждающего ультрафиолетового света между камерами установлены два фильтра из стекла марки СЗС –21 и УФС-6, которые пропускают узкую полосу света $\lambda=360\pm 30\text{нм}$. Для наблюдения служит тубус с вторичным фильтром из стекла марки БС-8, который не пропускает рассеянный ультрафиолетовый свет.

Принцип работы прибора основан на свойстве веществ люминесцировать под действием ультрафиолетового излучения.

В качестве источника возбуждения используется ртутно-кварцевая лампа СВД-120 А. Лампа питается от сети напряжением 220 В через балластный дроссель, который ограничивает ток лампы

до нужного значения. Поджог лампы осуществляется с помощью поджигающего электрода, на который подаётся напряжение сети через ограничительное сопротивление. После небольшого прогрева возникает основной заряд в парах ртути.

Прибор после включения в сеть прогревается 10 мин. Испытуемый образец помещают в рабочую кювету из нелюменисцирующего материала, закрывают заслонку. Люминесценцию наблюдают через тубус на передней панели. Отличают цвет и интенсивность люминесценции. Оценку цвета производят визуально.

Задание 1. Исследовать жиры и масла. Пробы жиров и масел размерами 15*15*5 мм помещают в кювету. При исследовании кулинарных жиров и маргаринов рядом опытными пробами помещают пробу сливочного масла.

Задание 2 Исследовать мед. Мед вносят в кювету слоем толщиной 5 мм. Рядом располагают пробу натурального меда слоем той же толщины.

Задание 3. Определить степень свежести яиц. Яйца исследуют со скорлупой.

Задание 4 Определить сортность муки. Муку рассыпают в кювету слоем 5 мм.

Задание 5. Определить качество печенья. Печенье помещают в кювету в целом виде.

Задание 6. Определить качество картофеля. Картофель нарезают толщиной 10 мм.

Показатели люминесценции оформляют в виде таблицы.

Таблица 2 - Показатели люминесценции пищевых продуктов.

| Наименование продукта | Цвет люминесценции | |
|---|---|----------------------|
| | Вид свечения продукта | Наблюдаемое свечение |
| Картофель здоровый | Желтая флюоресценция | |
| Пораженный фитофторой | Интенсивно-голубая окраска | |
| Картофель подмороженный | Беловатая окраска | |
| Картофель, пораженный кольцевой гнилью | Зеленоватая окраска | |
| Яйцо куриное свежее с белой скорлупой - несвежее | Интенсивно красная флюоресценция Голубая флюоресценция | |

| | | |
|--|------------------------------|--|
| Несвежее с темной скорлупой | Голубовато-фиолетового тона | |
| Мука ячменная | Матовая флюоресценция | |
| Мука соевая | Сине-зеленая флюоресценция | |
| Мука гороховая | Матовая флюоресценция | |
| Мука ржаная и пшеничная с примесями зерновых оболочек и вредных примесей | Интенсивное синее свечение | |
| Мед натуральный | Светло-желтый цвет | |
| Мед фальсифицированный | Беловатый или синеватый цвет | |
| Масло сливочное коровье | Коричневое | |
| Маргарин | Голубая флюоресценция | |

Контрольные вопросы.

1. Что такое люминескопия?
2. Какие методы люминескопии применяют при анализе пищевых продуктов.
3. На чем основано исследование пищевых продуктов методом люминескопии.
4. Охарактеризовать устройство и принцип действия люминескопа.
5. Как определить свежесть и сортовую принадлежность продукта.

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА, КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА И БЕЗВРЕДНОСТИ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ МЕТОДОМ ЛЮМИНОСКОПИИ.

Цель работы: определить степень окисленности пищевых жиров, определить остаточные количества пестицидов в растительных маслах, свежих и сухих плодах и овощах.

Материальное обеспечение:

1. Сырье: растительное масло, сливочное масло, овощи или фрукты свежие, сухофрукты.

2. Оборудование и материалы: люминоскоп ЛПК-1, весы лабораторные, разновесы.

3. Реактивы: 10% водный аммиак, 1н р-р едкого натра, 0,1 н р-р едкого натра, бензол, бутиловый спирт, вода дистиллированная.

Краткие теоретические сведения

Количественный люминесцентный анализ позволяет определить концентрацию исследуемого вещества в растворе по интенсивности люминесценции. Техника количественного анализа основана на том, что при небольшом содержании флуоресцирующего вещества в растворе существует пропорциональная зависимость между яркостью свечения и концентрацией вещества в пробе. Наиболее удобно проводить сравнение по интенсивности люминесценции раствора неизвестной концентрации с эталонным раствором. По концентрации вещества в стандартных растворах рассчитывают содержание вещества в пробах. Можно пользоваться предварительно построенным графиком, но этот метод менее надежен, так как на люминесценцию влияет много факторов.

Задание. Определить степень окисленности пищевых жиров, определить остаточные количества пестицидов в растительных маслах, свежих и сухих плодах и овощах..

Для определения степени окисленности жиров, 3-4 см³ растительного масла, или 3-4 г сливочного масла помещают в пробирку из нефлуоресцирующего стекла, добавляют такое же количество дистиллированной воды и 3-4 капли 10 %-го водного раствора аммиака, тщательно перемешивают стеклянной палочкой, добавляют ещё двойное количество воды и раствора аммиака, переносят в делительную воронку и тщательно встряхивают 30 мин до четкого разделения водной и жировой фаз.

Люминесценцию определяют с помощью люминоскопа. В потоке УФ лучей наблюдают свечение водного слоя.

При содержании окисленных веществ более 1% происходит отчетливое голубое свечение, от 0,5 до 1% - зеленоватое свечение с голубовато-дымчатым оттенком; если содержание окисленных веществ не превышает 0,5%, то появляется зеленая флуоресценция.

Для остаточного количества ядохимиката севина в растительном

масле 100 см³ продукта и такое же количество бутилового спирта помещают в делительную воронку, энергично встряхивают 60 сек, затем приливают 25 см³ 1н р-ра NaOH и продолжают осторожно перемешивать еще 60 сек. После расслоения жидкостей сливают нижний водно-щелочной слой и в потоке УФ лучей наблюдают люминесценцию.

Зеленовато-голубое свечение раствора свидетельствует о присутствии севина.

При анализе свежих или сушеных овощей или плодов 100 г измельченного продукта помещают в колбу с притертой пробкой, заливают бензолом, перемешивают и оставляют на 30 мин. Затем к отфильтрованному бензольному экстракту в делительной воронке приливают 10-15 см³ 0,1н водного раствора NaOH и перемешивают содержимое воронки ещё 30 сек. Наблюдают люминесценцию нижнего слоя.

Контрольные вопросы.

1. Охарактеризовать качественное и количественное определение пищевых продуктов методом люминескопии.
2. На чем основано количественное определение степени окисленности жиров.
3. Как определить пестицид (севин) в растительных продуктах?

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ (СВИНЦА) МЕТОДОМ ПОЛЯРОГРАФИИ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Цель работы: ознакомиться с устройством и принципом действия полярографа, освоить методику пробоподготовки и приготовления образцов для последующего проведения полярографического анализа, определить содержание свинца в предложенных образцах консервированных продуктов, упакованных в металлическую тару.

Материальное обеспечение:

1. Сырье: консервы рыбные, плодоовощные консервы,

фасованные в металлическую тару.

2. Оборудование и материалы: полярограф марки ПУ-1 или других марок, обеспечивающих возможность работы в режиме переменного тока; баня водяная; электроплитка бытовая; весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г; весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 1 кг; шкаф лабораторный сушильный; линейка чертежная мерительная; эксикатор; ареометры без шара, набор с пределом измерений от 700 до 1840 кг/м³, фильтры обеззоленные диаметром 5,5 см, синяя лента.

3. Реактивы: вода бидистиллированная, вода дистиллированная, хлороформ, дитизон растворы в хлороформе 0,01;0,30; 0,20 и 1,00 г/дм³; тимоловый синий⁴ калия гидроокись гранулированная и раствор 600 г/дм³; кальций хлористый 2-водный; кислота азотная плотностью 1,40 г/см³ и разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и (1:2); кислота лимонная; кислота ортофосфорная поплотностью 1,72 г/см³, разбавленная бидистиллированной водой (1:3); кислота соляная плотностью 1,19 г/см³, разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и раствор с(НС1) = 0,2 моль/дм³; кислота хлорная, плотностью 1,50 г/см³; натрия гидроокись гранулированная и раствор с (NaOH) = 0,02 моль/дм³; пирогаллол А раствор 250 г/дм³; азот газообразный или другой инертный газ с массовой долей кислорода не более 0,001%; аммиак водный; аммоний лимоннокислый двузамещенный или аммоний лимоннокислый по раствор 200 г/дм³; ртуть; свинец азотнокислый.

Краткие теоретические сведения

Устройство и принцип действия полярографа.

Полярографический метод качественного и количественного химического анализа основан на использовании явления деполяризации на одном из электродов электрохимической ячейки при электролизе исследуемого раствора или расплава. Принцип работы полярографа показан на рисунке 1. Полярограф позволяет вести полярографирование как на постоянном, так и на переменном токе.

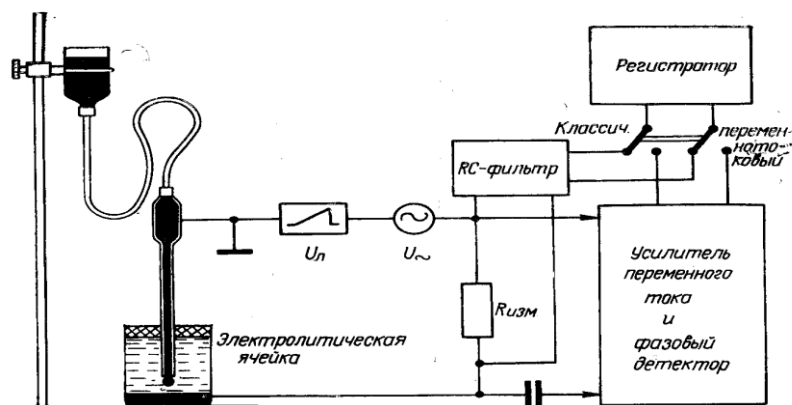


Рисунок 1 - Принцип работы полярографа в классическом и переменноточковом режимах: $U_{л}$ – источник линейного напряжения; U_{\sim} – источник переменного напряжения (синусоидального или трапециидального); $R_{изм}$ – измерительное сопротивление.

В переменноточковом режиме поляризации рабочего электрода (ртутной капли) осуществляется током от двух источников поляризующего напряжения: линейно–изменяющегося и переменного (синусоидального или трапециидального). Ток ячейки, проходя по токоизмерительному сопротивлению $R_{изм}$, создает на нем падение напряжения, переменная составляющая которого через разделительный конденсатор C_p подается на усилитель переменного тока, где усиливается, преобразуется фазовым детектором в напряжение постоянного тока и регистрируется в виде полярограммы переменного тока.

При работе полярографа в классическом режиме переменное напряжение поляризации на ячейку не подается, а падение напряжения, создаваемое током ячейки на измерительном сопротивлении $R_{изм}$, подается на регистратор, где и записывается в виде классической полярограммы.

Теоретически доказано и практически подтверждено, что подпрограмма содержит информацию о концентрации в природе вещества, находящегося в растворе. Предельный ток $I_{пр}$ пропорционален концентрации вещества и поэтому является критерием количественного анализа. Напряжение, соответствующее средней точке волны полярограммы, называемое потенциалом полуволны, определяет природу вещества, находящегося в растворе, и поэтому является критерием качественного анализа.

Потенциалы полуволн различных элементов образуют так

называемый полярографический спектр, их значения приведены в специальных таблицах. Сравнивая, полученные при исследовании неизвестного раствора потенциалы полуволн, с табличными данными, можно, в принципе, установить химический состав исследуемого раствора.

Если в исследуемом растворе содержатся ионы нескольких видов, то каждый вид ионов даёт свою волну, любая из которых качественно и количественно определяет соответствующее вещество.

Влияние токсичных элементов (свинца) на организм человека.

Свинец относится к наиболее известным ядам и среди современных токсикантов играет заметную роль.

Свинец находится в микроколичествах повсеместно. Пестициды, сдержавшие свинец, могут непосредственно увеличивать его содержание в плодоовощной продукции.

При выработке продуктов основным источником поступления свинца является жестяная тара, которая используется для упаковки от 10 до 15% пищевых изделий. Свинец поступает из свинцового припоя в швах банки. Установлено, что около 20% свинца в ежедневном рационе людей (кроме детей до 1 года) поступает из консервированной продукции, в том числе от 13 до 14% из припоя, а остальные из 6 – 7 % из самого продукта. В последнее время с внедрением новых методов пайки и закатки банок содержание свинца в консервированной продукции уменьшается, так как при изготовлении банок применяют лужёную жесть только с защитным покрытием. Кроме этого существует возможность загрязнения продуктов питания, хранящихся на складах вблизи дорог с движущимся автомобильным транспортом.

Свинец является нормативным ингредиентом нашего питания, однако фактическое содержание его в пищевых продуктах часто превышает ПДК. Максимальная концентрация свинца в крови, при которой ещё нет выраженного клинического воздействия, составляет для взрослого человека 50 – 80 мкг/100мл. Чтобы не превышать такой уровень, ежедневно должно поглощаться не более 8 мг свинца. В связи с этим, для предупреждения избыточного поступления свинца необходимо вести постоянный контроль за его содержанием в пищевых продуктах. Экспертами ФАО и ВОЗ установлена величина

максимально допустимого поступления свинца для взрослого человека – 3мг в неделю, т.е. около 0,007 мг/кг массы тела. ПДК свинца в основных продуктах регламентируется требованиями Сан ПиН 2.3.2. 560 – 96. Свинец токсически воздействует на четыре системы органов человека: кроветворную, нервную, желудочно–кишечную и почечную.

В настоящее время основными методами определения свинца являются атомно–абсорбционная спектроскопия и полярография.

Задание. Определить содержание свинца в предложенных образцах консервированных продуктов, упакованных в металлическую тару.

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: отбор пробы, минерализация и приготовление анализируемого раствора, подготовка электродов к работе, сборка электрохимической ячейки.

При проведении анализа особые требования предъявляют к лабораторной посуде, химическим реактивам и барботирующей ячейку смеси газов.

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, водой, азотной кислотой плотностью 1,40 г/см³, несколько раз дистиллированной и дважды бидистиллированной водой и высушивают. Затем промывают раствором дитизона 0,01 г/дм³. Даже при незначительном изменении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполняют посуду раствором дитизона 0,30 г/дм³ и выдерживают каждый раз по 30 мин, после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, используя раствор дитизона 0,01 г/дм³, затем промывают хлороформом и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

Очистка инертного газа от кислорода. При наличии примеси кислорода более 0,001% газ пропускают через поглотительную смесь, состоящую из растворов пирогаллола и гидроокиси калия в соотношении 1:5. Аммиак очищают методом изотермической перегонки. На дне эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси калия или натрия и приливают 500 см³ водного аммиака, а на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с 250 см³ бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 сут. В чашке получают очищенный раствор аммиака

концентрации от 130 до 150 г/дм³. Концентрация аммиака в растворе уточняется на основе измеренных ареометром показателей плотности.

Фоновый электролит А - смешанный раствор ортофосфорной кислоты с (НзР0₄) = 1,3 моль/дм³ и хлорной кислоты с(НСl0₄) = 0,7 моль/дм³: смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоту и бидистиллированную воду в соотношении 3:2:5. Используют при анализе мяса, мясопродуктов; мяса птицы, яиц и продуктов их переработки; молочных продуктов; желатина; мясных, мясорастительных и плодоовощных консервов и пива; кондитерских изделий.

Фоновый электролит Б — раствор соляной кислоты с(НСl) 0,1 моль/дм³: отмеривают пипеткой 8,2 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят бидистиллированной водой до метки.

Используют при анализе мяса, мясопродуктов; мяса птицы, яиц и продуктов их переработки; желатина; виноматериалов, хлеба и хлебобулочных изделий.

Фоновый электролит В - раствор соляной кислоты с(НСl) = 0,4 моль/дм³: отмеривают цилиндром 33 см³ кислоты плотностью 1,19 г/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой.

Используют при анализе зерна и продуктов его переработки: хлеба, хлебобулочных и кондитерских изделий.

Приготовление основного раствора свинца. Свинец азотнокислый перекристаллизовывают и высушивают при 104 ± 1°С до постоянной массы. 1,599 г высушенной соли растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. В колбу добавляют 5 см³ азотной кислоты плотностью 1,40 г/см³ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Стандартные растворы необходимой концентрации готовят последовательным разбавлением в 10, 100 и 1000 раз основного раствора свинца.

Приготовление контрольного раствора.

Проверяют каждую новую партию реактивов и готовят аналогично приготовлению испытуемого раствора, используя все реактивы и растворы. Если контрольный раствор содержит

измеримое количество свинца, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

Приготовление испытуемого раствора. При использовании фонового электролита А приготовленную золу растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см³ разбавленной азотной (1:2) кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. К осадку в тигле добавляют 2 см³ разбавленной хлорной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин. Раствор охлаждают, добавляют 3 см³ разбавленной ортофосфорной кислоты и 3 см³ бидистиллированной воды, тщательно перемешивают и дают отстояться осадку. Раствор фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом. Тигель и фильтр смывают бидистиллированной водой, доводя объем до 10 см³.

При использовании фонового электролита Б, растворяют золу в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см³ разбавленной (1:1) соляной кислоты, раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют при нагревании на водяной бане в 5 см³ фонового электролита, охлаждают и фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом, смывают тигель и фильтр фоновым электролитом и доводят объем раствора до 10 см³.

При использовании фонового электролита В золу растворяют в тигле в 8 см³ фонового электролита, внося его порциями по 2 см³ и перемешивая стеклянной палочкой. После полного растворения золы раствор фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом, в мерную пробирку, смывают тигель и фильтр тем же раствором и доводят объем до 10 см³.

Предварительное экстракционное выделение свинца используют в тех случаях, когда при полярографировании испытуемых растворов не удается получить четкий пик свинца в связи с возникновением помех вследствие присутствия в золе мешающих элементов.

При анализе всех продуктов, кроме молока и молочных продуктов, полученную золу растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см³ разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 25 см³ бидистиллированной воды и 2 г лимонной кислоты. После растворения лимонной кислоты добавляют

1 см³ раствора тимолового синего и доводят рН примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака при охлаждении пробы в ледяной бане. Цвет раствора должен измениться от красного через желтый до зеленовато-синего. Если при подщелачивании раствором аммиака образуется осадок, увеличивают количество добавляемой лимонной кислоты. Раствор количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 или 500 см³ и, смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой, доводят объем до величины около 150 см³.

Свинец несколько раз экстрагируют раствором дитизона порциями по 5 см³ до прекращения изменения цвета, встряхивая в делительной воронке каждый раз по 2 мин. Сначала используют раствор дитизона концентрации 1 г/дм³, затем - 0,2 г/дм³.

Дитизоновые экстракты собирают в делительной воронке, промывают 50 см³ бидистиллированной воды и переносят в другую делительную воронку. Водный слой промывают 5 см³ хлороформа и добавляют хлороформ к объединенным дитизоновым экстрактам.

В делительную воронку с дитизоновыми экстрактами добавляют 30 см³ 0,2 моль/дм³ раствора соляной кислоты, встряхивают в течение 2 мин и оставляют до разделения слоев. Дитизоновый раствор в хлороформе отбрасывают.

Оставшийся в делительной воронке раствор соляной кислоты промывают 5 см³ хлороформа. Хлороформ отбрасывают. Раствор фильтруют в тигель через обеззоленный фильтр, предварительно промытый раствором соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³. Делительную воронку и фильтр смывают два раза бидистиллированной водой порциями по 10 см³. Промывные воды присоединяют к раствору соляной кислоты, выпаривают на электроплитке при слабом нагреве до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Остаток растворяют в 10 см³ фонового электролита Б.

При анализе молока и молочных продуктов золу растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 7 см³ разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 13 см³ бидистиллированной воды и количественно переносят его в делительную воронку вместимостью 500 см³, смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой. Добавляют 20 см³ раствора

лимоннокислого аммония, 1 см³ раствора тимолового синего и доводят рН примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака. Цвет раствора должен измениться от красного через желтый до зеленовато-синего. Свинец экстрагируют дитизоном и обрабатывают пробу.

Измерения проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5 см³. Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,4 до минус 0,8 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

Прямое полярографирование используют в тех случаях, когда массовая доля свинца в пробе обеспечивает получение четкого пика металла на полярограмме, а состав элементов в золе не создает помех.

Определение проводят следующим образом. В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 4 см³ контрольного или испытуемого раствора. В первую колбу добавляют 1 см³ соответствующего фонового электролита или бидистиллированной воды (при работе с фоновым электролитом А) и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика свинца.

Во вторую колбу вносят добавку — стандартный раствор в таком количестве, чтобы высота пика свинца на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см³), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу добавляют фоновый электролит или бидистиллированную воду (при работе с фоновым электролитом А) в объеме, необходимом для доведения его до 5 см³. Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и измеряют высоту пика свинца.

Определение проводят следующим образом. В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 4 см³ контрольного или испытуемого раствора и добавляют минимальное количество свинца (0,2 — 0,5 мкг), которое обеспечило бы получение на

полярограмме четкого пика свинца (рисунке 2) Далее поступают аналогично предыдущему испытанию.

Полярографирование с предварительным внесением свинца в испытуемый раствор используют при анализе образцов с низкой массовой долей свинца или в тех случаях, когда на полярограмме вследствие помех из-за сложного элементарного состава золы наблюдается только нечеткий изгиб в области пика свинца.



Рисунок 2 - Полярограмма одного из исследуемых образцов (компот абрикосовой), где пик 1 - содержание свинца в пробе, пик 2 - содержание свинца в пробе с добавкой.

Массовую долю свинца (X) (мг/кг) или массовую концентрацию (X) в мг/дм³ вычисляют по высоте пиков, измеренных на подпрограммах с помощью линейки с точностью до 1 мм, соответственно по формулам при прямой полярографировании

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_k \right] : m,$$

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_k \right] : V$$

при полярографировании с предварительным внесением свинца в полярографируемый раствор

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_2 \right] \cdot \frac{V_0}{V_1 \cdot m},$$

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_2 \right] \cdot \frac{V_0}{V_1 \cdot V},$$

где m_2 — масса свинца, добавленного перед вторым полярографированием, мкг;

m — масса свинца в контрольном растворе, мкг;

m_1 — масса навески продукта, взятая для озоления, г;

M_i — масса свинца, предварительно добавленная для получения четкого пика свинца, мкг;

H — высота пика свинца, полученного при первом полярографировании, мм;

H_2 , — высота пика свинца, полученного при втором полярографировании, мм;

V_0 — общий объем испытуемого раствора, приготовленного из озоленной навески, см³;

V_i — объем испытуемого раствора, взятого для полярографирования, см³;

V — объем продукта, взятый для озоления, см³.

Вычисление производят до третьего десятичного знака. За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов (X) двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать при $P = 0,95$ 30% по отношению к среднему арифметическому. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

Минимальная концентрация свинца, определяемая указанным методом, составляет 0,06 мкг в см³ полярографируемого раствора.

Контрольные вопросы.

1. На чем основан принцип действия полярографа?
2. Как провести подготовку проб и калибровочных растворов?
3. Как посчитать концентрацию свинца по результатам проведенных экспериментов?
4. Почему необходимо постоянно контролировать содержание свинца в пищевых продуктах?
5. Почему предъявляются высокие требования к чистоте лабораторной посуды и барботирующей ячейки газов?

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ИОНОВ МЕДИ, СВИНЦА, КАДМИЯ И ЦИНКА В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ

Цель работы: определить массовую долю тяжелых металлов в водопроводной и предложенных образцах воды методом инверсионной вольтамперометрии на вольтамперометрическом анализаторе «Экотест ВА».

Материальное обеспечение:

1. Сырье: питьевая вода из разных источников, различные

образцы воды.

2. Оборудование и материалы: вольтамперметрический анализатор «Экотест ВА», водяная баня, аппарат для встряхивания.

3. Реактивы: раствор хлористого калия, подкисленный соляной кислотой; раствор дитизона; раствор соляной кислоты $5 \cdot 10^{-2}$ М; и другие реактивы для калибрования прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

Краткие теоретические сведения

Вода является важнейшим компонентом в производстве пищевых продуктов. Она служит средой и активным участником биохимических, микробиологических и коллоидных процессов в технологии пищевых продуктов. На технологические цели должна использоваться вода, отвечающая требованиям стандарта на питьевую воду, а также дополнительным требованиям, учитывающим специфику конкретного производства.

По природному происхождению различают воды атмосферные (осадочные), подземные (ключевые, колодезные) и поверхностные (озерные, речные, морские). Природная вода представляет собой сильно разбавленный раствор солей, молекулы которых диссоциированы на ионы. В зависимости от содержания солей природные воды делят на минеральные (от 0,1 до 5%), рассолы (более 5%) и пресные воды (0,05 – 1,6%). Состав минеральных солей воды определяется составом почвы, по которой она протекает, и растворимостью содержащихся в почве солей. В пищевой промышленности на технологические цели, для питания котлов, мойки оборудования используется вода из городского водопровода или артезианских скважин. Вода, применяемая в пищевом производстве, должна обладать качествами питьевой, быть прозрачной, бесцветной, без запаха и привкуса, не содержать вредных примесей и болезнетворных микроорганизмов. Согласно стандарту в питьевой воде допускается незначительное содержание хлоридов, сульфатов, меди, железа, марганца и т.д. Питьевую воду, отвечающую требованиям стандарта, получают путём очистки природной воды из водоёмов фильтрацией через пористые среды: песок, гравий и т. д. Перед фильтрацией воду подвергают отстаиванию в специальных отстойниках. Современные методы

очистки воды достаточно эффективны, но связаны с большими затратами и не всегда гарантируют чистоту и экологическую безопасность питьевой воды. Неуклонно возрастающее потребление воды промышленными предприятиями и антропогенное загрязнение природных водоёмов и источников промышленными стоками приводит к нарушению существующего в них экологического равновесия, что может представлять опасность для человека, т. к. в питьевой воде могут содержаться токсичные вещества, в том числе и тяжёлые металлы больше предельно допустимых концентраций. К питьевой, а также минеральным водам предъявляются высокие требования. Следует учитывать, что качество питьевой воды, получаемой населением, зависит от многих факторов: особенностей гидрогеологических условий, качества воды водных объектов, эффективности используемых методов очистки и обеззараживания питьевой воды на водопроводах. При этом качество питьевой (водопроводной) воды может изменяться и во времени.

Патогенетическая роль водного фактора в развитии неинфекционных заболеваний обусловлена такими показателями качественного состава питьевой воды, как жёсткость, мутность, цветность, высокое содержание нитратов, хлоридов, сульфатов, различных микро- и макроэлементов, а также наличия тяжёлых металлов.

Задание. Определить массовую долю тяжёлых металлов в водопроводной и предложенных образцах минеральных вод методом инверсионной вольтамперометрии на вольтамперометрическом анализаторе «Экотест ВА».

При подготовке к проведению измерений должны быть проведены следующие работы: отбор проб питьевой и минеральной воды и приготовление анализируемого раствора пробы в соответствии с действующей НТД.

В мерную колбу ёмкостью 100 см³ вносят 80 см³ пробы воды и 20 см³ концентрированного фонового раствора (раствор хлористого калия, подкисленного соляной кислотой).

Выполнение измерений массовой концентрации ионов кадмия, свинца, меди проводят без специальной пробоподготовки. В электрохимическую ячейку вносят 25 см³ раствора №1.

Выполнение измерений массовой концентрации ионов цинка проводят после предварительного удаления из раствора №1 ионов меди.

Пробы минеральной газированной воды освобождают от углекислого газа. Для этого 100-150 см³ пробы воды наливают в коническую колбу емкостью 50 см³, доводят до температуры (20 ± 1)°С на водяной бане, закрывают пробкой с одним отверстием, через которое пропущена трубка для вывода газа, закрепляют в аппарате для встряхивания и встряхивают в течение 20-30 мин., затем оставляют 80 см³ и приливают 20 см³ концентрированного фонового раствора.

Метод основан на проведении инверсионного вольтамперометрического анализа двухвалентных ионов цинка, кадмия, свинца, меди по 3-х электродной схеме измерения на стеклоуглеродном рабочем электроде в предварительно подготовленных пробах.

Анализ основан на электрохимическом накоплении определяемых элементов на поверхности рабочего электрода в виде амальгамы при заданном потенциале поляризации с последующей количественной регистрацией величин их анодных токов электрорастворения (окисления), имеющих вид пиков на вольтамперограмме. Высота (площадь) пика пропорциональна концентрации иона металла в растворе.

Потенциал пика определяется природой растворяемого металла. При наличии в исследуемом растворе несколько электрохимически активных ионов с достаточно отличающимися стандартными потенциалами вольтамперограмма представляет собой совокупность разрешенных пиков (рис.1), которую можно использовать для качественного и количественного анализа.

Присутствие в анализируемой пробе ионов меди (II) даже в незначительном количестве мешает определению цинка, поскольку медь эффективно взаимодействует с цинком (уже при соотношении 1 : 0,5) на поверхности электрода, образуя набор интерметаллических соединений, для которых стандартные потенциалы оказываются значительно занижены по сравнению со случаем отсутствия ионов меди в растворе. Поэтому перед определением ионов цинка (II) из раствора анализируемой пробы предварительно удаляют ионы меди

(II) путем их сорбции на концентрирующем патроне «ДИАПАК-ИДК». Анализ проводят по методу добавки стандартного раствора.

Значения потенциалов пиков окисления металлов в стандартных растворах относительно хлорсеребряного электрода сравнения в фоновом растворе (0,5 М КСl):

Cu - 0,1В, Pb - 0,4В, Cd - 0,7В, Zn - 1,0В.

При выполнении измерений должны быть выполнены следующие работы: регистрация и обработка вольтамперограммы контрольной пробы, анализируемого раствора пробы, анализируемого раствора пробы с добавкой, стандартных растворов ионов определяемых металлов в соответствии с методикой измерений

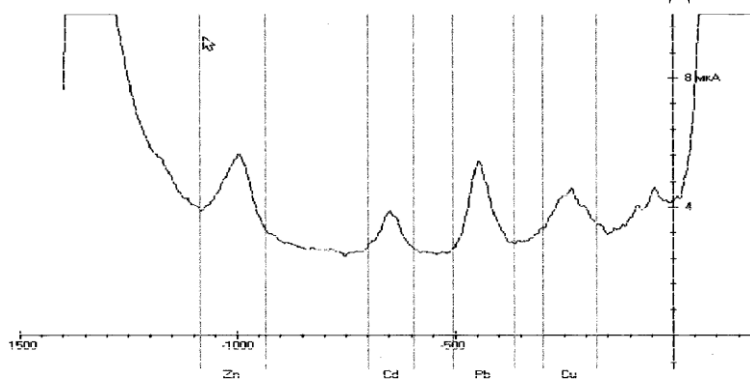


Рисунок 3 - Вольтамперограмма питьевой воды

Концентрация ионов металла в анализируемом растворе пробы (C_M) (раствор в электрохимической ячейке) рассчитывают по формуле:

$$C_M = (S_x - S_f)C_d V_d / [(S - S_x)V + S V_d] \text{ мкг/дм}^3,$$

где C_M - концентрация ионов металла в анализируемом растворе пробы (в электрохимической ячейке), мкг/дм³; S_x - площадь анодного пика металла в анализируемом растворе пробы; S_f - площадь анодного пика металла в растворе контрольной пробы; S - площадь анодного пика металла в анализируемом растворе пробы с добавкой стандартного раствора иона металла; V - объём раствора в ячейке до внесения добавки, см³ ($V = 25 \text{ см}^3$); V_d - объём добавки стандартного раствора металла, см³; C_d - концентрация добавленного стандартного раствора металла, мкг/дм³.

Вычисление площадей пиков проводится по программному обеспечению анализатора.

Расчет массовой концентрации ионов металла в пробе воды (C) проводят по формуле:

$$C = C_M * N * n, \text{ мкг/дм}^3,$$

где $N = V/V_{\text{пр}}$;

C_M - концентрация ионов металла в анализируемом растворе пробы, рассчитанная по формуле (1), мкг/дм³;

$V_{\text{пр}}$ - объем пробы в анализируемом растворе пробы, см³;

V - объем анализируемого раствора пробы, см³;

n - величина предварительного разбавления пробы с большой концентрацией определяемого компонента (без предварительного разбавления $n = 1$)

За результат анализа C принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений C_1 и C_2 .

Результаты измерений оформляют в виде таблицы:

Таблица 10 - Результаты обсчета пиков полярограммы

| № пробы | Результат определения | Расхождение между параллельными определениями | | Предельнодопустимые концентрации исследуемых элементов по ГОСТ |
|---------|-----------------------|---|------------|--|
| | | фактическое | допустимое | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

Контрольные вопросы.

1. Виды природной воды.
2. Источники загрязнения питьевой воды токсичными элементами.
3. Требования к качеству минеральной воды.
4. Источники загрязнения минеральной воды токсичными элементами.
5. На чём основан метод определения токсичных элементов на приборе «Экотест ВА», принцип определения?

СПИСОК РЕКОМЕНДАТЕЛЬНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Габайдулин А.Г., Ильина Е.М., Рыжов В.В. Охрана окружающей среды от ртутного загрязнения.- Казань.: Магариф, 1999.-95с.
2. Гигиенические требования к качеству и продовольствию сырья и пищевых продуктов. Санитарные правила и нормы /Сан – ПиН 2.3.2. 560 – 96.- М., 1997.- 266с.
3. Донченко Л.В. Безопасность пищевой продукции.- М.:Пищепромиздат.- 2001.- 528с.
4. Ермаченко Л.Н. Атомно – абсорбционный анализ в санитарно - гигиенических исследованиях. /Под ред. к.м.н. Подуновой Л.Г. М.: ООО Медицинское информационное агенство, 1997.- 207с.
5. Житникова В.С., Седов Ю.А., Сычев С.Н. Изучение кинетики деструкции аскорбиновой кислоты и рибофлавина методом ВЭЖХ. //Сборник «Качество жизни населения, деловая активность и конкурентоспособность российских предприятий».- Орел.: ОрелГТУ, 1998.- 196с.
6. Ильин Л.А., Кирилов В.Ф., Коренев И.П. Радиационная безопасность и защита.- М.: Медицина, 1996.- 207с.
7. Климова Н.В., Загурский И.Н. Методические указания к лабораторным работам по курсу физико–химические методы анализа Орел.: 1995.-42с.
8. Лебухов В. И. Физико-химические методы исследования [Текст] : учебник / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова; под ред. А. И. Окара. - СПб. : Лань, 2013. - 480 с.
9. Криштафович В. И. Физико-химические методы исследования [Текст] : учебник для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки «Товароведение» (квалификация (степень) «бакалавр» / В. И. Криштафович, Д. В. Криштафович, Н. В. Еремеева. - Москва: Дашков и К°, 2015. - 207 с.
10. Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов. Санитарные правила и нормы (Сан-ПиН 2.3.2.560—96). — М.: Госкомсанэпиднадзор России, 1997. — 269 с.

11. Донченко Л.В. Безопасность пищевой продукции [Текст] : учебник. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: ДеЛи принт, 2007. – 539 с.

12. Соколова, Елена Ивановна. Современное сырье для кондитерского производства [Текст] : учебное пособие / Е. И. Соколова, С. В. Ермилова. - 2-е изд., стер. - М. : Академия, 2009. - 64 с.

13. Беляев, А. Г. Современные приборы и методы исследований в технологии продуктов питания [Текст] : учебное пособие: / А. Г. Беляев ; Юго-Зап. гос. ун-т. - Курск : ЮЗГУ, 2016. - 183 с.

14. Беляев, А. Г. Современные приборы и методы исследований в технологии продуктов питания [Электронный ресурс] : учебное пособие: / А. Г. Беляев ; Юго-Зап. гос. ун-т. - Курск : ЮЗГУ, 2016. - 183 с.