

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

Харківський державний університет харчування та торгівлі

СУЧАСНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

Візуальне супроводження курсу
для студентів спеціальності 076 «Підприємництво, торгівля
та біржова діяльність»
освітній ступінь бакалавр

Харків
ХДУХТ
2020

Візуальне супроводження курсу «Сучасні методи дослідження» для студентів спеціальності 076 «Підприємництво, торгівля та біржова діяльність» [Електронний ресурс] / укладачі : Т. В. Щербакова, Т.І. Барна. – Електрон. дані. – Х. : ХДУХТ, 2018. – 1 електрон. опт. диск (CD-ROM); 12 см. – Назва з тит. екрана.

Укладачі: канд. техн. наук, доц. Т. В. Щербакова, Т. І. Барна

Рецензент: д-р. техн. наук, проф. Захаренко В.О.

Кафедра товарознавства та експертизи товарів

Схвалено методичною комісією ХДУХТ за спеціальністю
076 «Підприємництво, торгівля та біржова діяльність»
Протокол від 23 грудня 2019 року № 8

Схвалено вченою радою ХДУХТ
Протокол від 19 лютого 2020 року № 9

Схвалено редакційно-видавничою радою ХДУХТ
Протокол від 18 лютого 2020 року № 14

© Щербакова Т. В., Барна Т. І.,
укладачі, 2020
© Харківський державний університет
харчування та торгівлі, 2020

ТЕМА 1. ПІДГОТОВКА ПРОБ ДО ПРОВЕДЕННЯ ДОСЛІДЖЕНЬ

Питання до теми

1. Мета аналізу і постановка аналітичної задачі.
2. Аналітичний сигнал як прояв будь-яких хімічних та фізичних властивостей об'єктів аналізу.
3. Відбір та підготовка проб до проведення вимірювань
4. Значення хімічної метрології для оцінки якісного та кількісного складу споживчих товарів.



Оцінка якості товарів

За показниками:
- органолептичними;
- фізико-хімічними;
- безпеки

методи за ДСТУ,
ТУ У

Ідентифікація товарів

*Продукти рослинного
походження*

*Продукти тваринного
походження*

М.ч. жиру, %

Жир - ?

Жирнокислотний склад

М.ч. білку, %

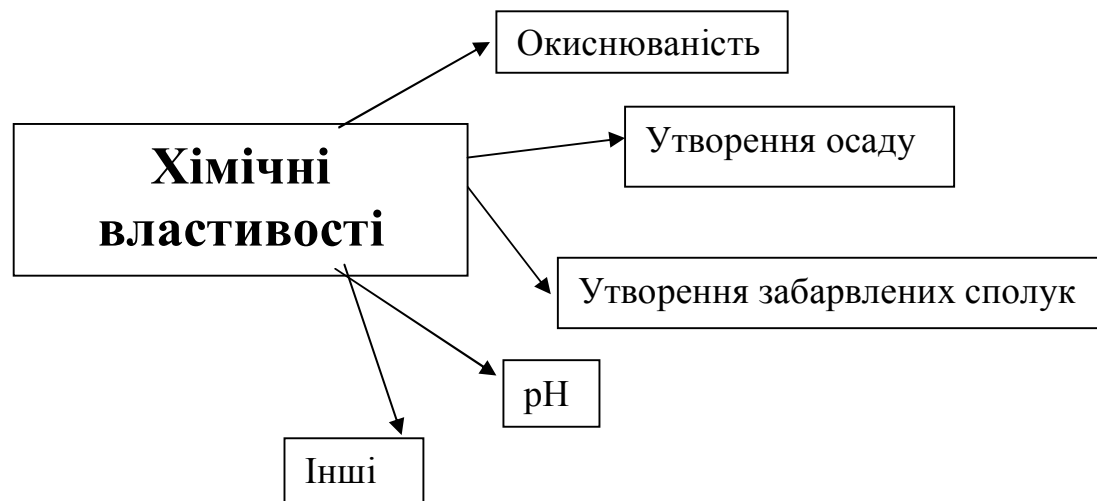
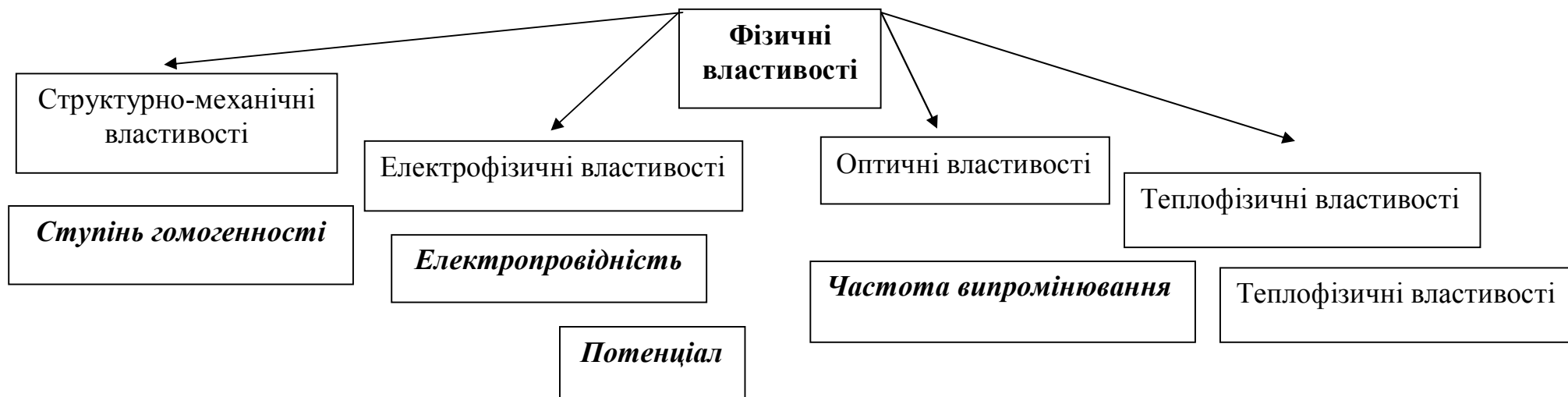
Білок - ?

Амінокислотний склад

Ідентифікація
сполук

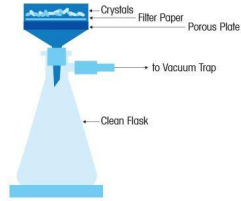
Характеристика кольору

Барвник - ?

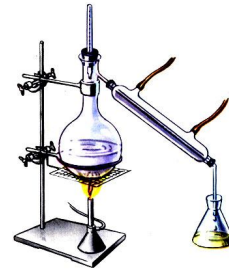


Способи очищення речовин та розчинів від домішок

Перекристалізація



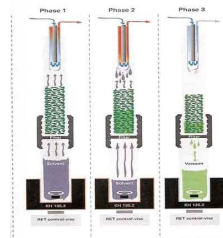
Перегонка



Сублімація



Екстракція



Відбір та підготовка проб для проведення вимірювань



ХІМІЧНА МЕТРОЛОГІЯ ДЛЯ ОЦІНКИ ЯКІСНОГО ТА КІЛЬКІСНОГО СКЛАДУ СПОЖИВЧИХ ТОВАРІВ

МЕТРОЛОГІЯ ТА ВИМІРЮВАННЯ

Метрологія – наука про вимірювання, методи і засоби забезпечення їх єдності та способи досягнення необхідної точності

Вимірювання – це знаходження значення фізичної величини дослідним шляхом за допомогою спеціальних технічних пристроїв



Прикладна метрологія

займається питаннями практичного застосування результатів досліджень у різних сферах діяльності в межах теоретичної метрології та положень законодавчої метрології

Завдання:

- створення і вдосконалення методів вимірювань;
- підвищення точності вимірювань;
- перегляд принципових основ створення еталонів;
- розробка методів і засобів передачі розміру одиниці від еталону робочим засобам вимірювань з мінімальною втратою точності;
- забезпечення повної автоматизації всіх повірочних робіт;
- розвиток і вдосконалення Державних служб стандартних довідкових даних та стандартних зразків властивостей і складу речовин та матеріалів.

КЛАСИФІКАЦІЯ МЕТРОЛОГІЇ

6

Метрологічні характеристики методів аналізу



ТЕМА 2. МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТОВАРІВ

Питання до теми

1. Загальна характеристика методів аналізу
2. Теоретичні основи фотометричних методів дослідження
3. Рефрактометричний метод аналізу в дослідженні харчових продуктів
4. Нефелометричні та турбідиметричні методи дослідження



ЗА ПОХОДЖЕННЯМ АНАЛІТИЧНОГО СИГНАЛУ МЕТОДИ АНАЛІЗУ ПОДІЛЯЮТЬ:

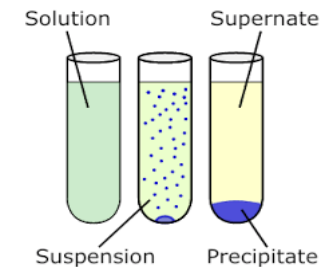
- *хімічні,*
- *фізичні,*
- *фізико-хімічні.*

Хімічні методи засновані на використанні різних типів хімічних реакцій, які кількісно відбуваються в розчинах, розплавах, твердих тілах або газах.

– газовий аналіз;

– гравіметричні (вагові)
методи аналізу;

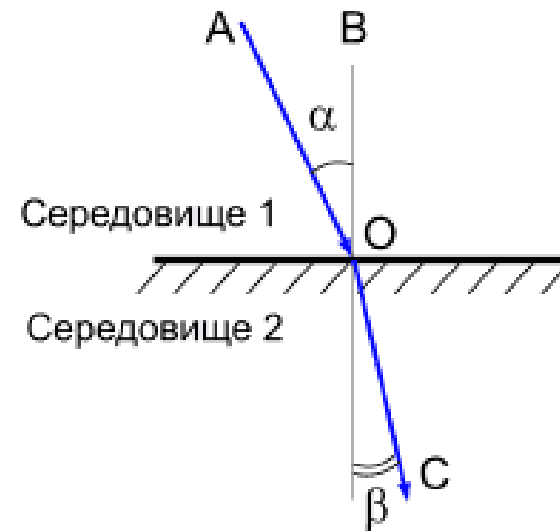
– титриметричні
(об'ємні) методи аналізу.



Фізичні методи - методи, що ґрунтуються на вимірюванні величин фізичних параметрів досліджуваних речовин або їх розчинів за умови, що ці фізичні параметри є функцією кількісного складу речовин.

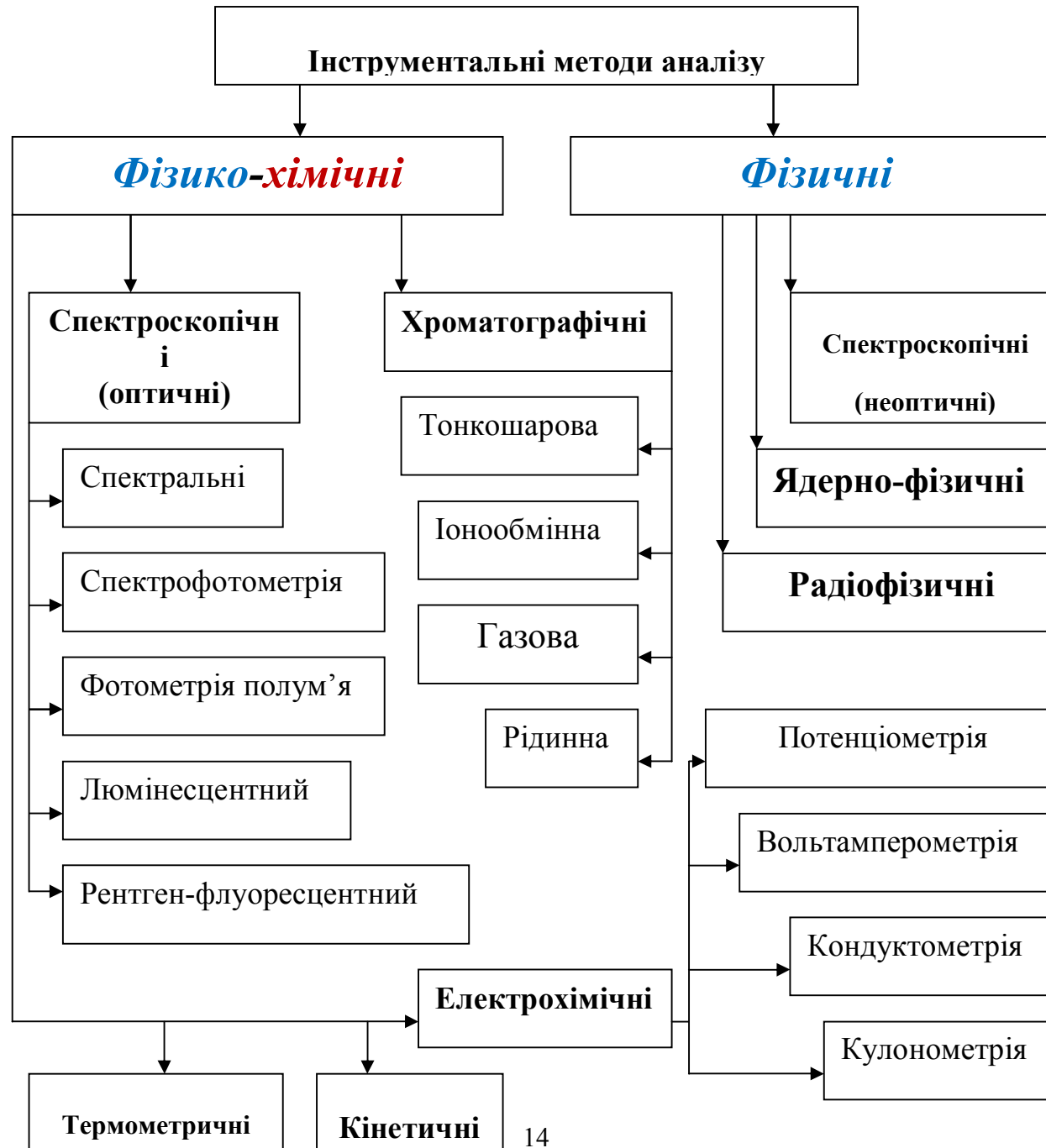
До них належать методи, що ґрунтуються на вимірюванні:

- величин показника заломлення;
- оптичного обертання;
- інтенсивності флуоресценції та ін.



Фізико-хімічні методи - методи, що ґрунтуються на вимірюванні величин фізичних параметрів досліджуваних речовин або їх розчинів за умови, що ці фізичні параметри є функцією кількісного складу речовин.

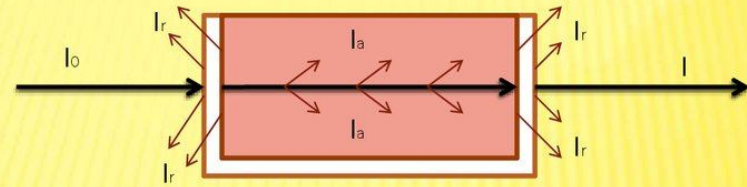




Фотометричний аналіз – група методів аналізу, що ґрунтуються на вимірюванні пропускання, поглинання або розсіювання світла досліджуваною речовиною:

- фотоколориметрія,
- спектрофотометрія,
- люмінесцентний аналіз та ін.

Колориметричні методи аналізу – це методи, що засновані на вимірюванні інтенсивності світлового променя, що пройшов крізь забарвлений розчин



$$I_0 = I_r + I_a + I$$

Закон Бугера – Ламберга - Бера

I_0 - інтенсивність монохромного світлового променя
 I_r - інтенсивність заломленого світлового променя
стінками кювети
 I_a - інтенсивність світлового променя, що поглинуто
розчином
 I - інтенсивність світлового променя, що пройшов крізь
забарвлений розчин

$$I = I_0 \cdot 10^{-KCl}$$

$$A = KCl$$

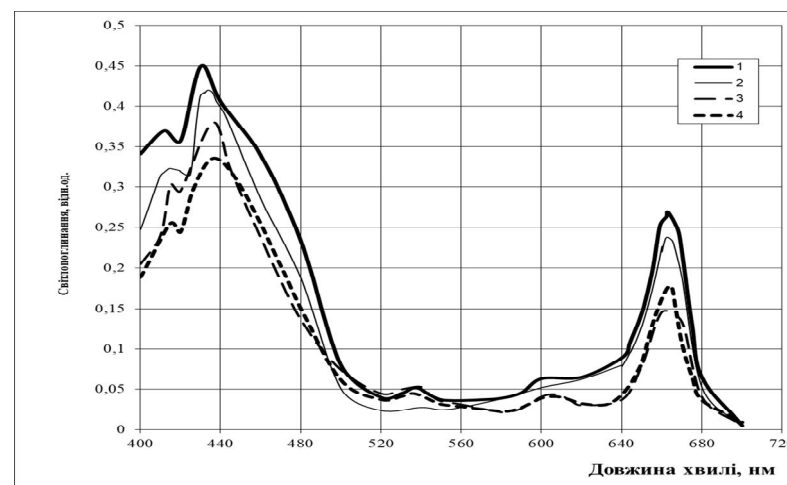
ЗАКОНИ ПОГЛИНАННЯ ЕЛЕКТРОМАГНІТНОГО ВИПРОМІНЮВАННЯ

$$I_0 = I_k + I_a + I_{a_1} + I_r + I_t$$

$$A = -\lg T = -\lg \frac{I}{I_0} = \lg \frac{I_0}{I}$$

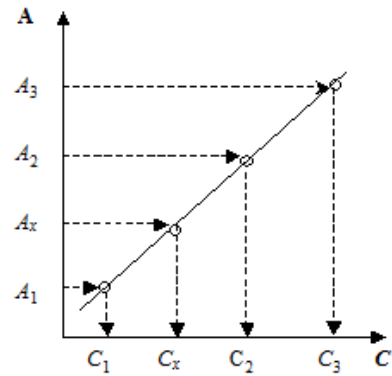
$$A_x = \varepsilon_\lambda C_x l$$

$$A = A_1 + A_2 + A_3 \dots + A_m = \varepsilon_1 c_1 l + \varepsilon_2 c_2 l + \varepsilon_3 c_3 l \dots + \varepsilon_m c_m l$$



Способи вимірювання концентрації

1. Метод градувального графіку



2. Метод стандартних серій (шкали)



3. Метод добавок

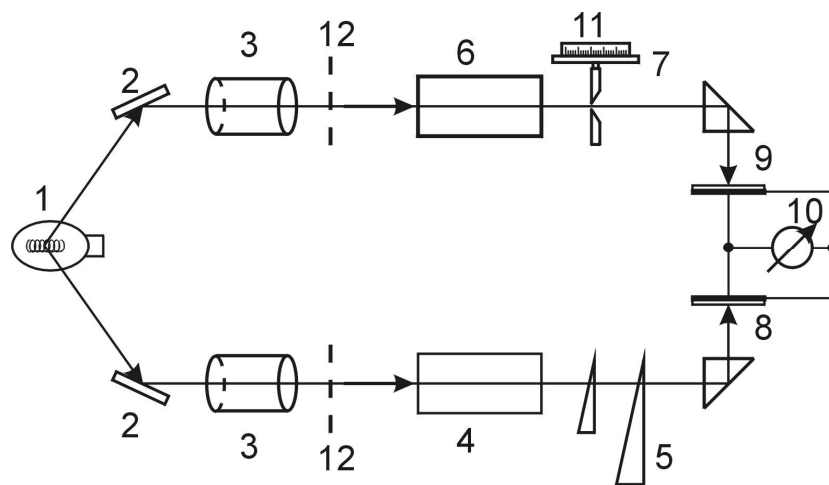


Схема фотоколориметра

ВИЗНАЧЕННЯ ЯКОСТІ КОНИНИ ФОТОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

Обладнання: Фотоколориметр КФК-2

Аналітичні ваги ($\pm 0,005$)

Центрифуга: від 500 об/хв. до 2700 об/хв



Об'єкти дослідження: м'язова тканина

Посуд : Колби мірні, воронки

Реактиви :

дистильована вода,

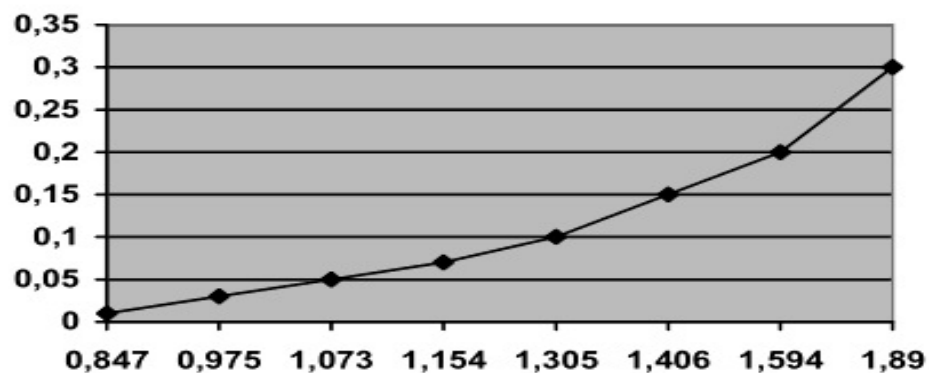
реактив Неслера

фільтрувальний папір

амоній сульфат

Градувальник графік для визначення ступеня свіжості конини

C, (NH₄)₂SO₄, %



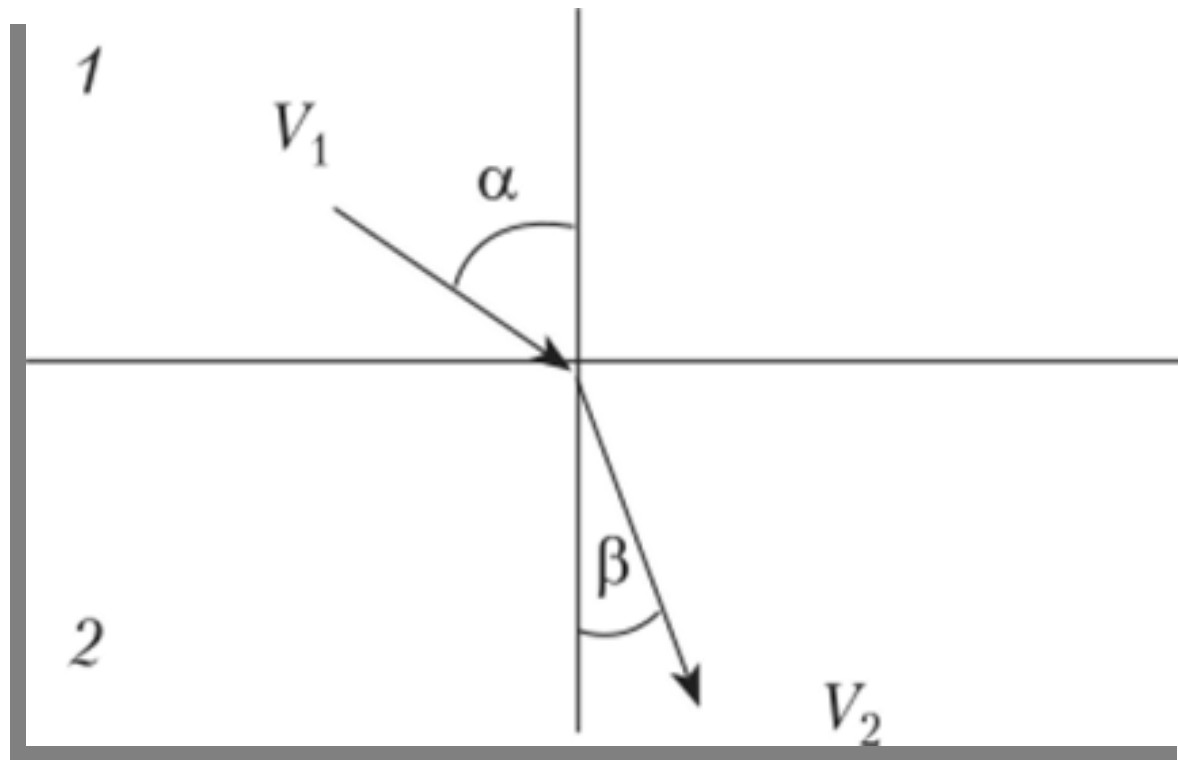
D, Бел

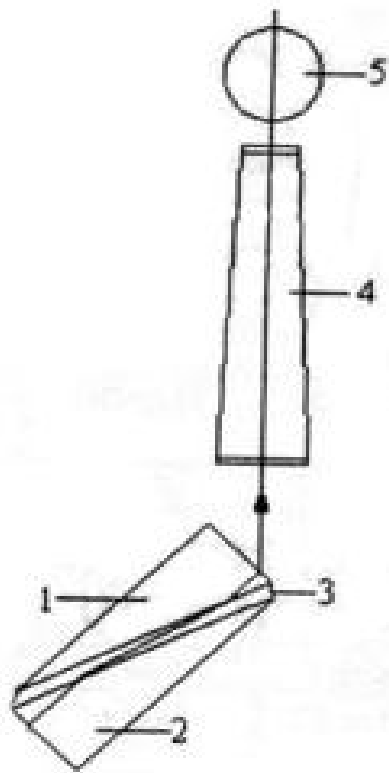
Показники оптичної густини конини з різним ступенем свіжості

Масова концентрація амонію-сірчанокислого ,%	Оптична густина конини
0,01	0,847±0,060
0,03	0,975±0,087
0,05	1,703±0,072
0,07	1,154±0,097
0,10	1,305±0,041
0,15	1,406±0,058
0,20	1,594±0,123
0,25	1,824±0,116
0,30	1,890±0,121
0,35	2,234±0,174
0,40	2,653±0,113
0,45	2,974±0,107

Рефракція (лат. Refractus – заломлений) – викривлення напрямку поширення світлових, звукових, радіохвиль через неоднорідність середовища (напр., оптичної неоднорідності, змін температури, діелектричної проникності та ін.).

Рефрактометрія - сукупність методів якісного та кількісного аналізу, що ґрунтуються на вимірюванні абсолютного та відносного показників заломлення речовин за допомогою рефрактометрів.

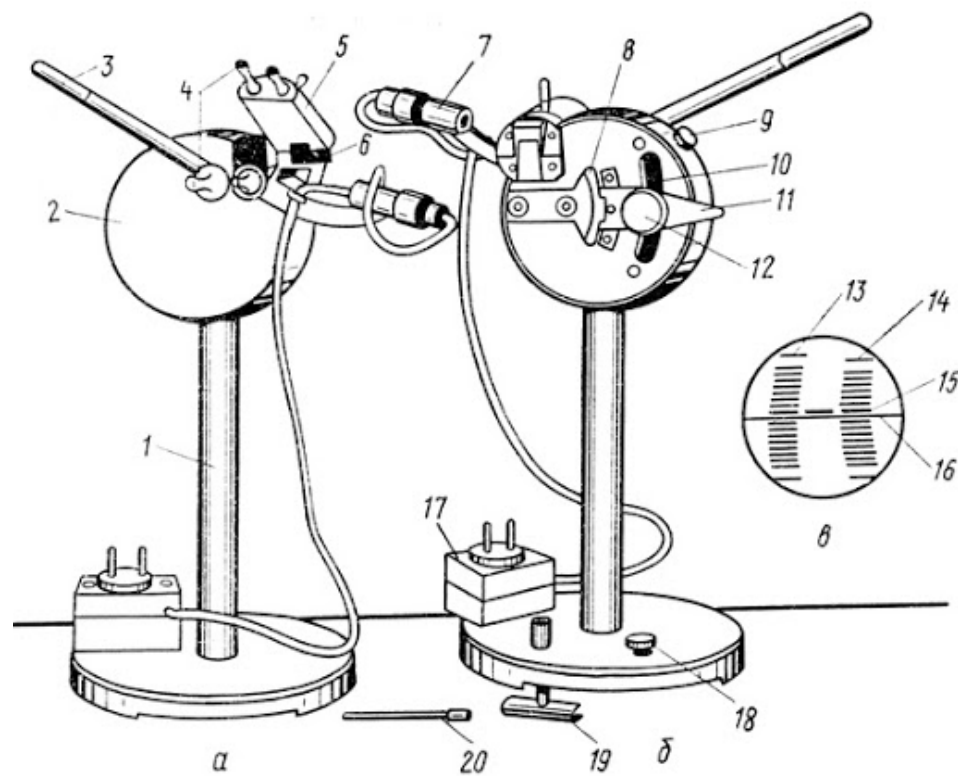




Рефрактометр
(принципова схема)

- 1 - вимірювальна
призма,
- 2 - освітлювальна
призма,
- 3- рідина,
- 4- зорова труба
- 5- окуляр





Рефрактометр РПЛ

ЦИФРОВІ РЕФРАКТОМЕТРИ АББЕ



Рефрактометричний метод використовують на практиці для кількісного визначення:

- концентрації речовин водних та неводних розчинів,
- органічних та мінеральних кислот, солей,
- концентрації етилового спирту,
- для визначення вмісту білка в крові та ін.

У нефелометричному та турбідиметричному методах дослідження використовуються явища розсіювання світла твердими частинками, що знаходяться у непрозорому розчині - суспензії.

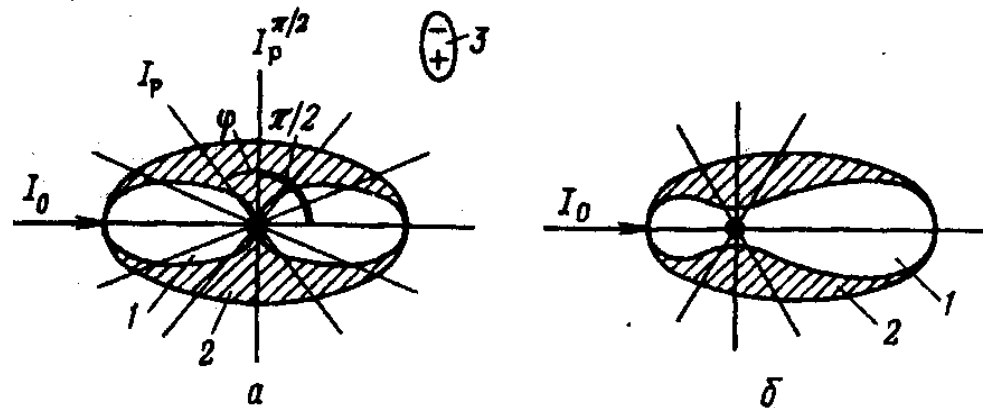
РОЗСІЮВАННЯ СВІТЛА ВІДБУВАЄТЬСЯ ЗА СХЕМОЮ:

вхідне світло + молекули (атоми) + $h\nu \rightarrow$

\rightarrow поляризація молекул (атомів) \rightarrow

\rightarrow виникнення диполів \rightarrow

\rightarrow випромінювання кванта світла $h\nu_1$.



Розсіювання світла малою (а) і великою (б) частинкою:

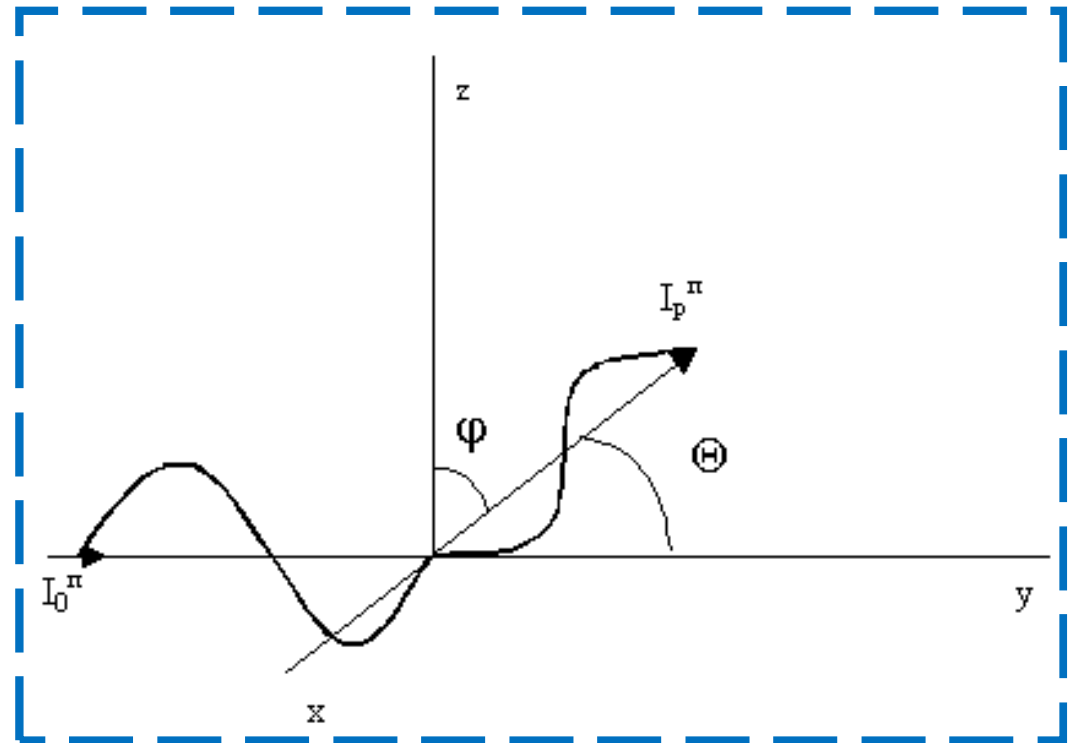
1 – неполяризована, 2 – поляризована частині світла; 3 – диполь, утворений у результаті електричної поляризації

Для малих часток $a < \lambda/10$ виникає релєєвське розсіювання.

Довжина хвилі видимого світла лежить в межах 380 - 760 нм, отже, розмір частинок, здатних до релєєвського розсіювання, не перевищує 76 нм.

Особливістю релєєвського розсіювання є рівність частот падаючого і розсіяного світла.

При розсіюванні змінюється кут поляризації, або тілесний кут.



I_0 - інтенсивність падаючого світла;

I_p - інтенсивність світла, розсіяного одиницею об'єму системи;

Θ - кут спостереження;

φ - тілесний кут.

ЗАКОН РЕЛЕЯ

$$R = \frac{I_p r^2}{I_0} = \frac{16 \pi^4}{\lambda^4} \alpha^2 \sin^2 \varphi$$

$$I_p = 24\pi^3 \frac{\nu \cdot V^2}{\lambda^4} \left(\frac{n_1^2 - n_2^2}{n_1^2 + 2n_2^2} \right)^2 I_0, \text{ Дж / м}^3$$

де ν – часткова концентрація дисперсної фази;

V - об'єм частинок;

n_1 і n_2 – показники заломлення дисперсної фази і дисперсійного середовища.

ТУРБІДИМЕТРІЯ – метод, в якому використовують інтенсивність світла I_t , що пройшов через розчин.

$$S = \lg (I_0 / I) = k b N,$$

де S – мутність;

k – коефіцієнт пропорційності, що називається коефіцієнтом мутності;

b – довжина шляху;

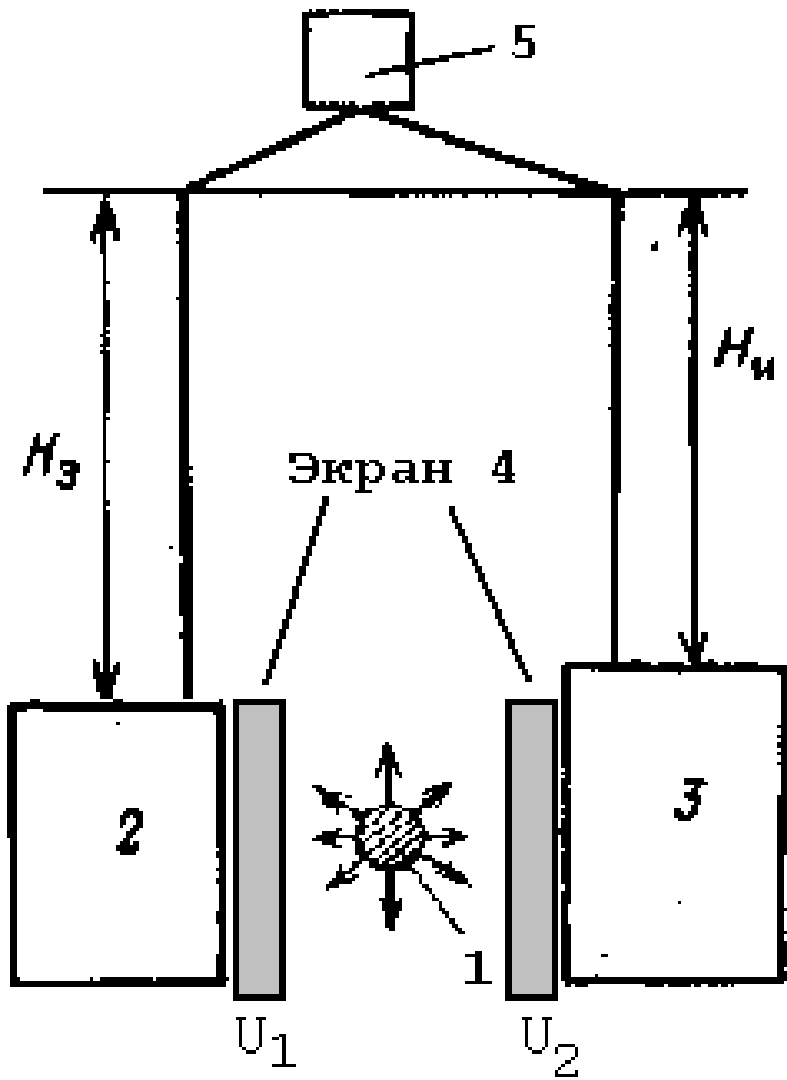
N – число частинок, що розсіюють світло, в одиниці об'єму.

НЕФЕЛОМЕТРІЯ – Сукупність методів вивчення дисперсних систем, що ґрунтуються на вимірюванні інтенсивності світла, розсіяного дисперсною системою (під кутом 90° або іншим кутом).

$$I = K_a C I_0$$

де K_a – емпірична константа системи (a – кут, за яким виконують вимірювання);

C – концентрація.



1 - джерело світла, що лежить за
площиною рисунка;
2 і 3 - кювети з еталонною і робочою
системою

Схема нефелометра

НЕФЕЛОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ СИРОВИНИ ПРИ ОДЕРЖАННІ ДОРОГОЦІННИХ МЕТАЛІВ

Сутність методу: *Нефелометричне визначення сірки базується на утворенні суспензії сірчаноокислого барію в соляно-гліцериновому середовищі і визначенні її оптичної густини на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром для нефелометричних визначень.*

Обладнання: Фотоколориметр КФК-2

Кількість сірки в у розчині встановлюють за градуовальним графіком і обчислюють за формулою:

$$X = m_1 / m * 10000,$$

де m_1 – маса сірки, знайдена по градуовальному графіку, мкг;

m - маса наважки талію, г.

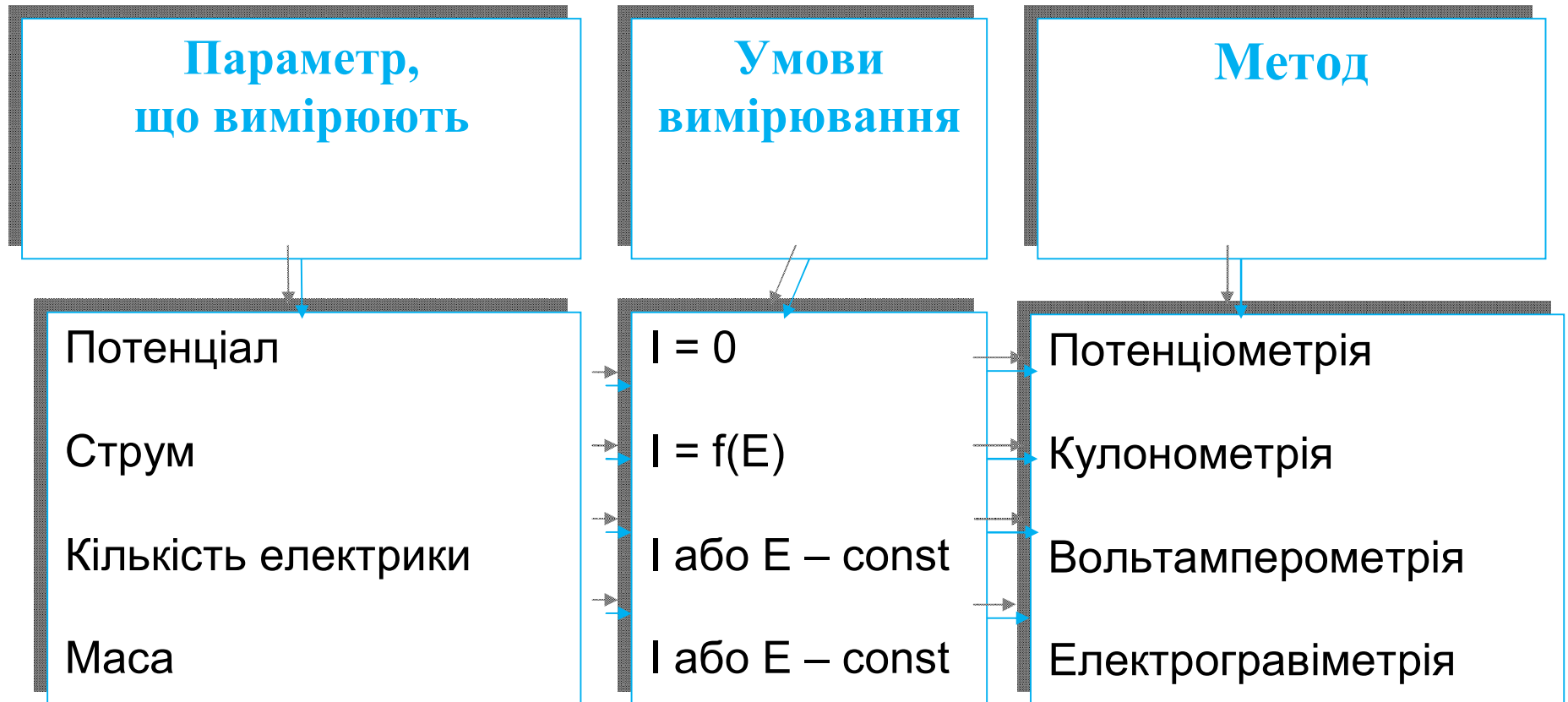


ТЕМА 3. ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТОВАРІВ

Питання до теми

1. Загальна характеристика електрохімічних методів аналізу
2. Електрохімічна комірка
3. Потенціометричний метод вимірювання
4. Кулонометричний метод дослідження

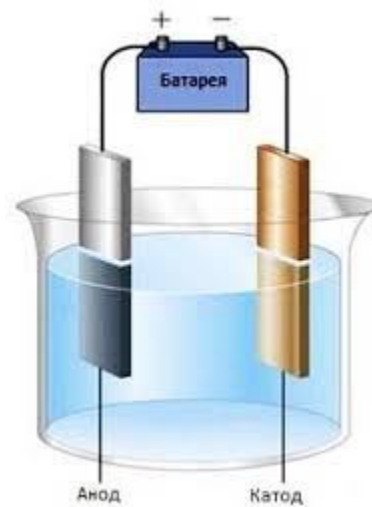


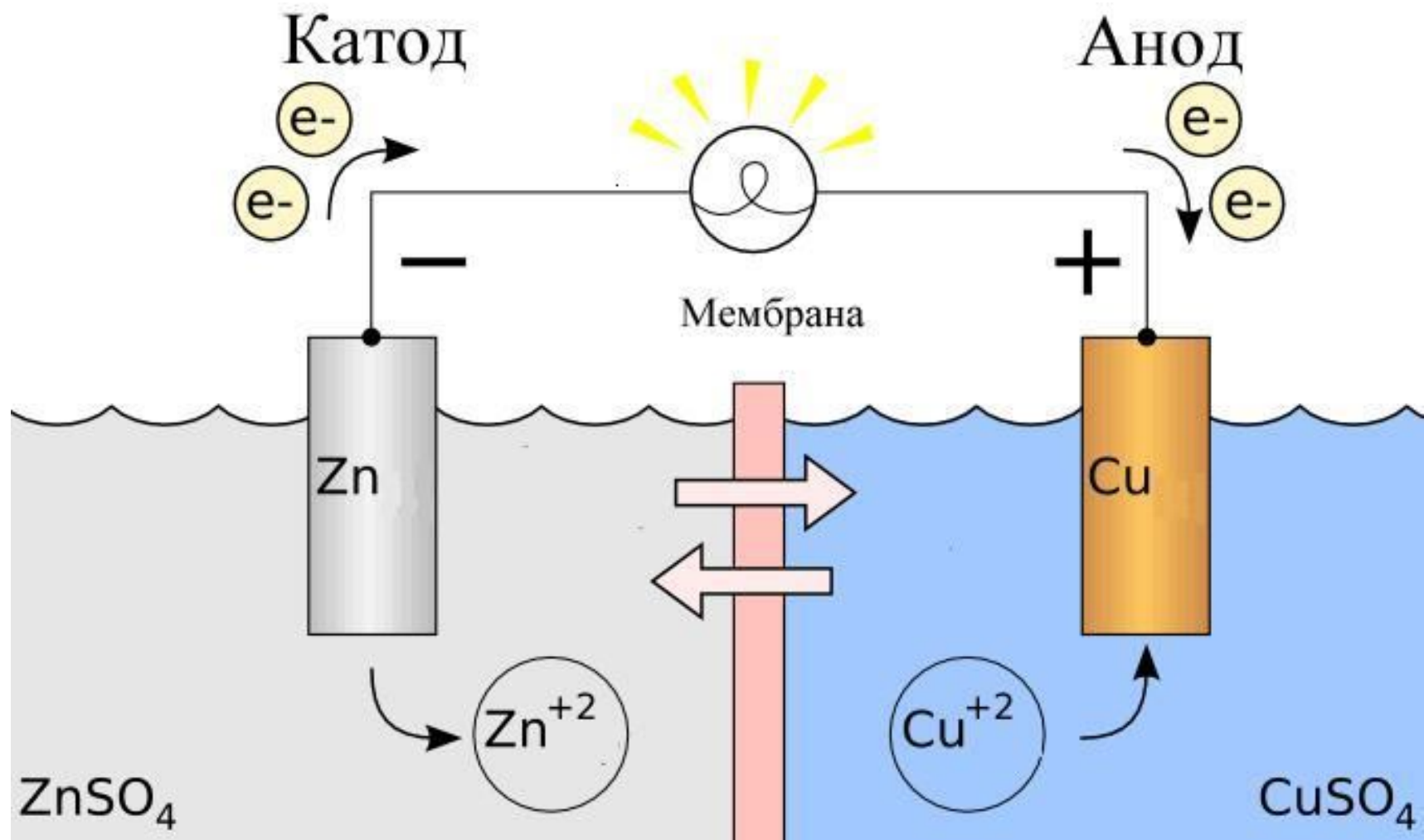


Електрохімічна комірка

Гальванічний
елемент

Комірка для
електролізу





ІНДИКАТОРНІ ЕЛЕКТРОДИ

1. Металеві – активні та інертні.

Потенціал, що виникає на поверхні активних при зануренні їх в розчин, залежить від концентрації власних іонів, або іонів, що з власними в рівновазі.

Потенціал інертних залежить від окисно-відновних процесів в розчині, бо він виконує роль передавача електронів.

2. Мембранні – іонселективні.

Потенціал залежить, в решті решт, від концентрації іону, до якого вони селективні.

Електрод порівняння:

1. - азбестове волокно, що забезпечує зв'язок з дослідним розчином;
- 2 - внутрішній розчин КСl (нас.);
- 3 - AgCl (т);
- 4 - струмовідвідний електрод (Ag)
- 5 - отвір для введення розчину КСl

РІВНЯННЯ НЕРНСТА

Потенціал E кожного електроду може бути описаний рівнянням Нернста:

Для скляного електроду:

$$E_1 = E^0_1 - 0,059 \lg c(\text{H}^+),$$

Для хлорсрібного електроду:

$$E_2 = E^0_2 - 0,059 \lg c(\text{Cl}^-).$$

де E^0 - *стандартний* потенціал електроду.

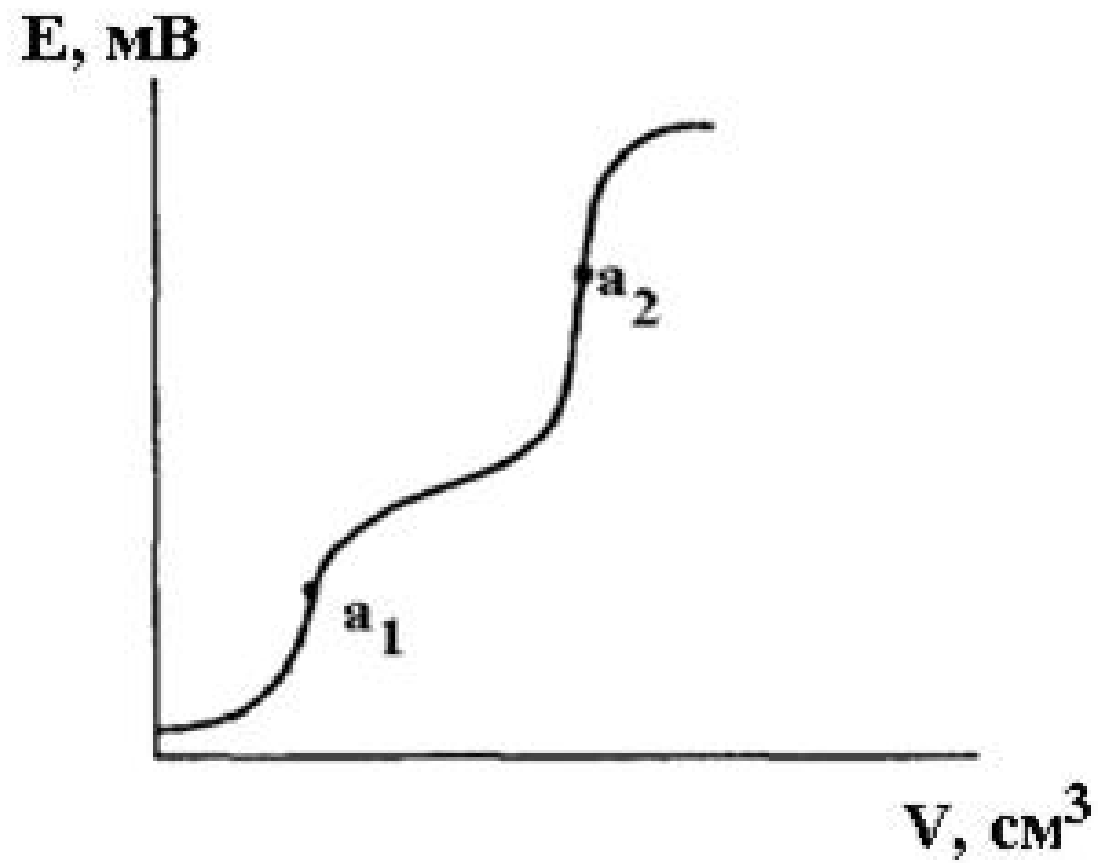


Потенціометрія – фізико-хімічний метод кількісного аналізу, що ґрунтується на вимірюванні електрохімічного потенціалу електрода в розчині дослідної речовини. Застосовують для визначення концентрації електролітів.



Пряма потенціометрія - вимірювання потенціалу індикаторного електрода в розчині, що містить будь який іон, відносно електрода порівняння.

ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ



Методи іонметрії успішно використовують:

- для аналізу об'єктів довкілля;
- у медико-біологічних дослідженнях;
- клінічній медицині.



Другою важливою особливістю потенціометричного титрування є визначення:

- кислот,
- основ,
- солей та інших речовин у різноманітних технологічних розчинах,
- в аналізі каламутних, забарвлених розчинів.



Потенціометрія використовується також в автоматизованих системах аналітичного контролю технологічних потоків на збагачувальних фабриках, гідрометалургійних заводах.



Кулонометричний метод аналізу ґрунтується на тому, що дослідний розчин піддають електролізу і вимірюють кількість електрики, яку витрачають на електрохімічне перетворення речовини.



Електроліз – це розкладання речовини під дією електричного струму.

Метрологічні характеристики методу:

- 1. Визначення малих кількостей речовин (10^{-11} г-екв речовини).*
- 2. Висока чутливість, правильність і відтворюваність.*

Перший закон М. Фарадея – маса речовини, яка виділяється на електроді, прямопропорційна кількості електрики, що проходить через розчин

($m \sim Q$).

Другий закон М. Фарадея – однакові кількості електрики виділяють (осаджують) на електродах різні речовини в кількостях, пропорційних їхнім електрохімічним еквівалентам.

$$m = \frac{ItM}{nF} = \frac{QM}{nF},$$

де m – маса речовини, яка виділяється на електроді, г;

I – сила струму, А;

t – час електролізу, с;

M – молярна маса речовини, що перетворюється на електроді;

n – кількість електронів, які беруть участь в електродному процесі;
F – постійна (число) Фарадея, що дорівнює ~ 96500 Кл/моль;
Q – кількість електрики, Кл.

Кондуктометричний метод аналізу - це електрохімічний метод аналізу, заснований на використанні залежності між електропровідністю розчинів електролітів і концентрацією їх в розчині.

Кондуктометричне титрування - метод аналізу, заснований на визначенні вмісту речовини за допомогою кривої титрування.

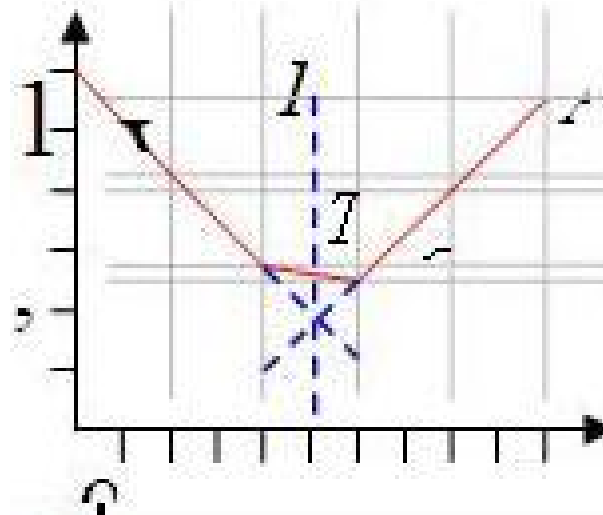
Електропровідність - здатність речовини проводити електричний струм під дією зовнішнього електричного поля.



Криві кондуктометричного титрування

Застосування кондуктометричного титрування:

- титрування сильних і слабких кислот, основ, амінів в широкому діапазоні концентрацій;
- визначення катіонів (Fe^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} і ін.)
- визначення аніонів (Cl^- , Br^- , I^- , оксалат, тартрат, саліцилат і ін.),
- загальної жорсткості.



ТЕМА 4. ХРОМАТОГРАФІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТОВАРІВ

Питання до теми

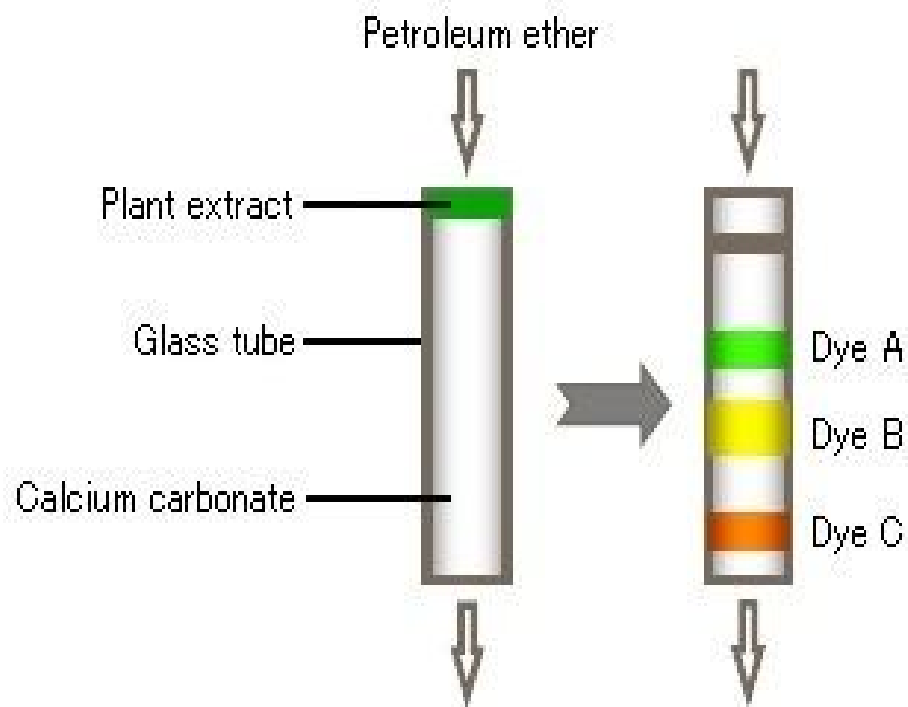
1. Загальна характеристика хроматографічних методів.
2. Класифікація хроматографічних методів.
3. Тонкошарова хроматографія.
4. Газова хроматографія.
5. Рідинна хроматографія.



Хроматографія – це фізико-хімічний метод розділення і аналізу сумішей газів, парів, рідин або розчинених речовин сорбційними методами в динамічних умовах.

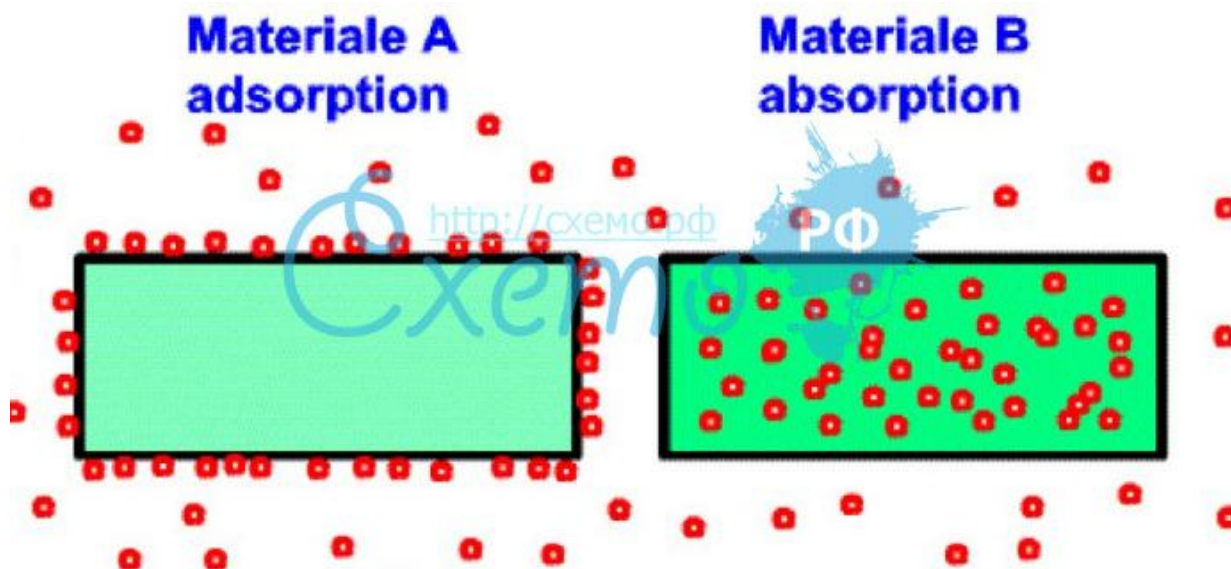
Хроматографія - метод розділення складних сумішей, що складаються з близьких за властивостями речовин, на складові компоненти, які зберігаються без зміни первинних властивостей.

В основі хроматографічного розподілу лежить різниця в сорбційній активності компонентів суміші по відношенню до даного сорбенту.



Розрізняють 4 види сорбції:

- 1) **абсорбція** – поглинання газів, розчинених речовин всім обсягом твердої або рідкої фази;
- 2) **адсорбція** – поглинання речовин поверхнею твердого або рідкого сорбенту;
- 3) **хемосорбція** – поглинання речовин рідким або твердим сорбентом з утворенням хімічних сполук;
- 4) **капілярна конденсація** – утворення рідкої фази в порах і капілярах твердого сорбенту при поглинанні парів речовин.



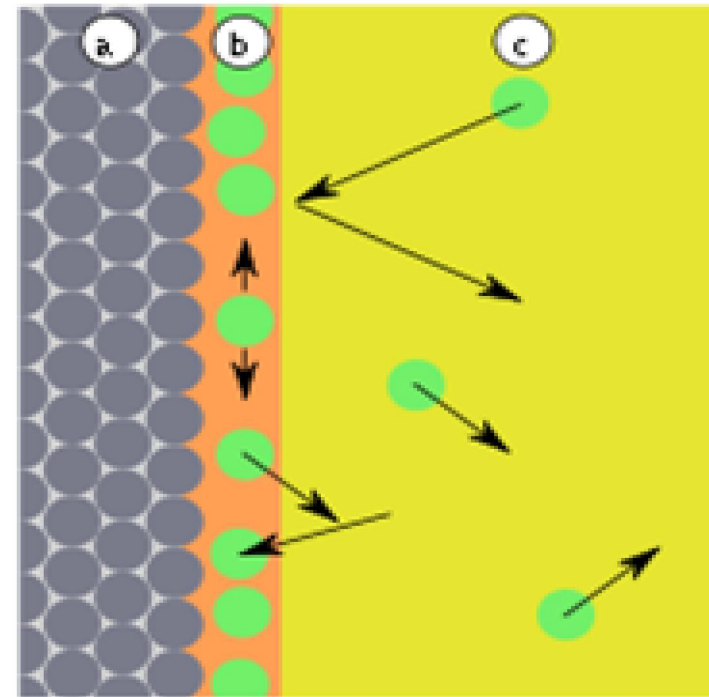
КЛАСИФІКАЦІЯ ХРОМАТОГРАФІЧНИХ МЕТОДІВ ЗА РІЗНИМИ ОЗНАКАМИ:

1) за агрегатним станом суміші, в якому проводять її поділ на компоненти:

- газова,
- рідинна,
- газо-рідинна;

2) за механізмом поділу:

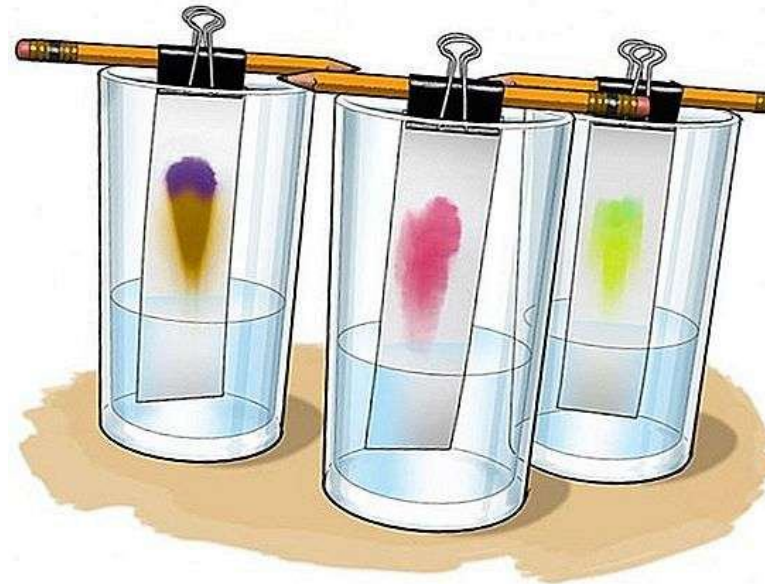
- адсорбційна розподільна,
- іонообмінна,
- осадова,
- окислювально-відновна,
- адсорбційно-комплексуюча;



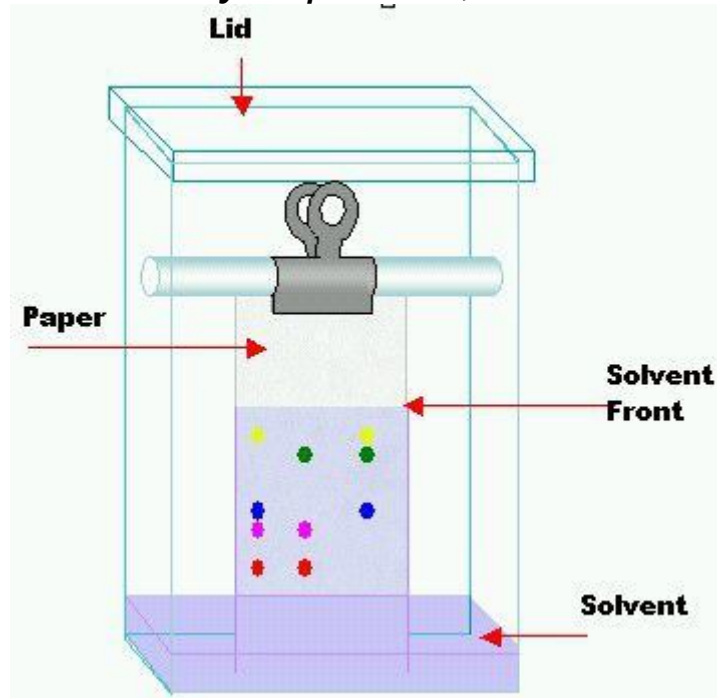
3) за формою проведення хроматографічного процесу:

- колонкова,
- капілярна,
- площинна:

- ◆ паперова,
- ◆ тонкошарова
- ◆ мембранна.



Тонкошарову хроматофію зручно використовувати для якісного визначення складу харчових, смакових продуктів та підсилювачів властивостей.



Вимірюваною характеристикою є коефіцієнт рухомості:

$$R_f = l_x / l, \quad R_f \leq 1$$

де l_x та l – відстані, на які просунулися плями визначаємого компонента та рухомої фази відповідно.

Газова хроматографія можлива, якщо визначаємі компоненти летючі, тобто перетворюються на газ при розумних температурах.

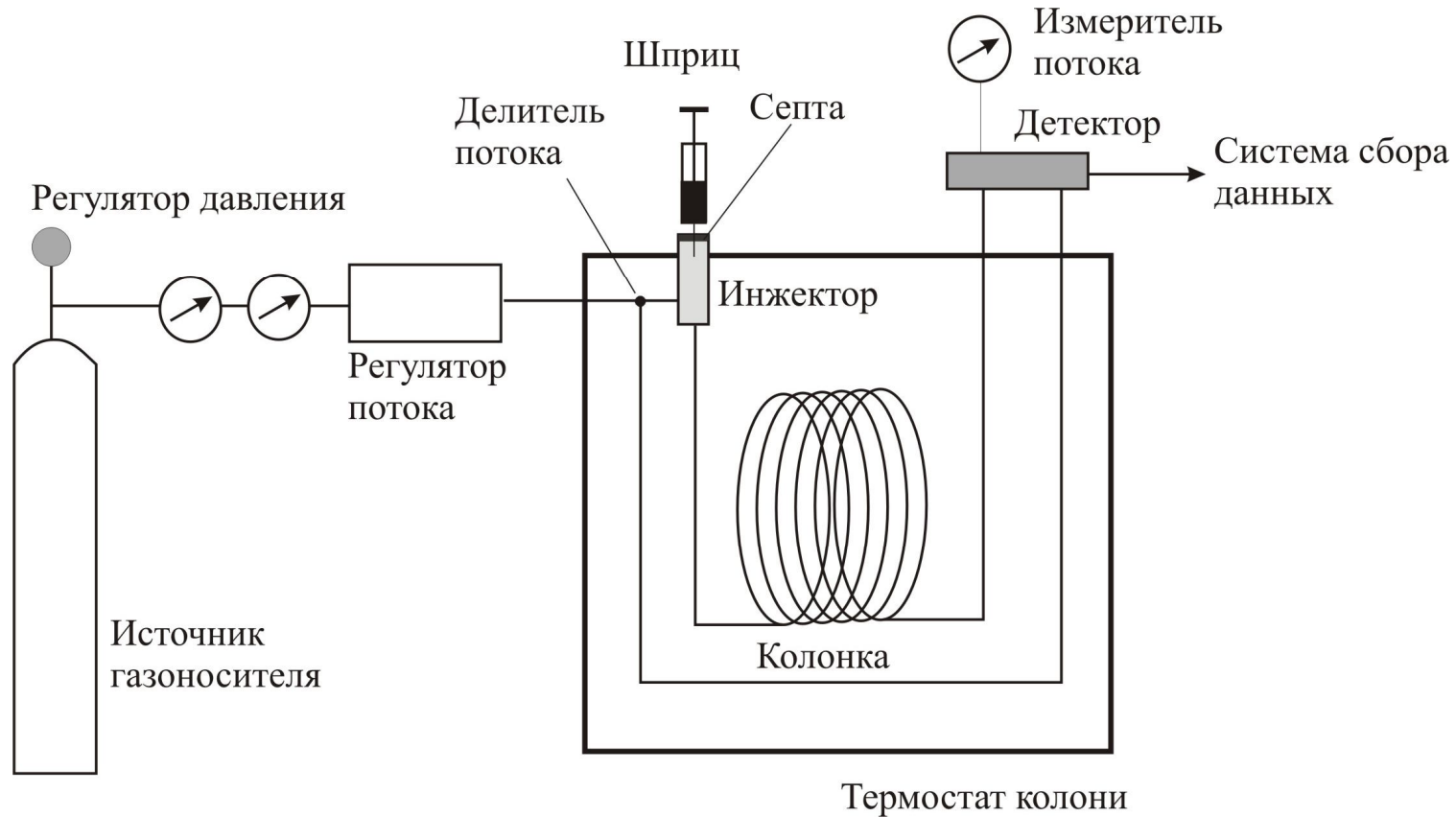


Схема газового хроматографа

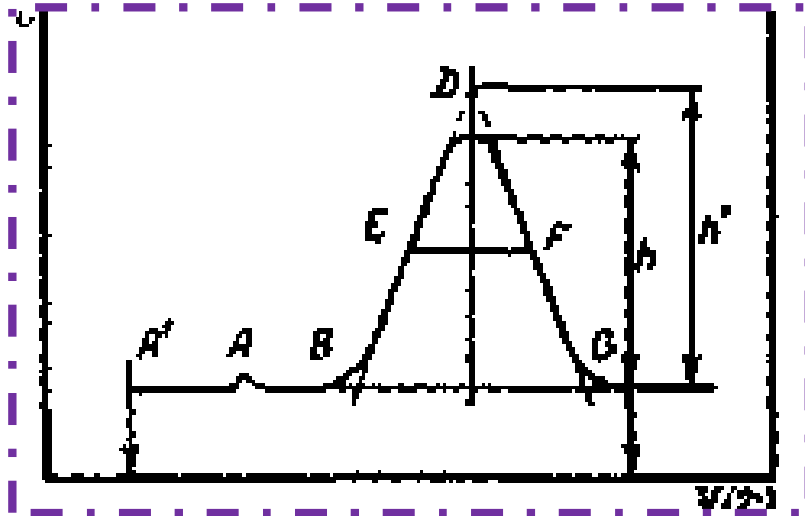
Фактори, що впливають на хроматографічний процес:

- *полярність нерухомої фази,*
- *властивості компонентів,*
- *швидкість подачі рухомої фази,*
- *швидкість рухомої фази в колонці,*
- *температура колонки.*

В якості рухомої фази, в якій міститься суміш, що розділяє гази, застосовують газ-носії:

- *аргон,*
- *повітря,*
- *гелій,*
- *водень.*

Хроматографічна крива залежності величини аналітичного сигналу від часу хроматографування



Величини, які характеризують хроматографічний пік кривої:

A' – відповідає вводу проби;

A – вихід несорбуючого компоненту;

ВДС – вихід аналізованого компоненту;

A'C – загальний об'єм утримання $V_{(R)}$, або (час утримання $\tau_{(R)}$);

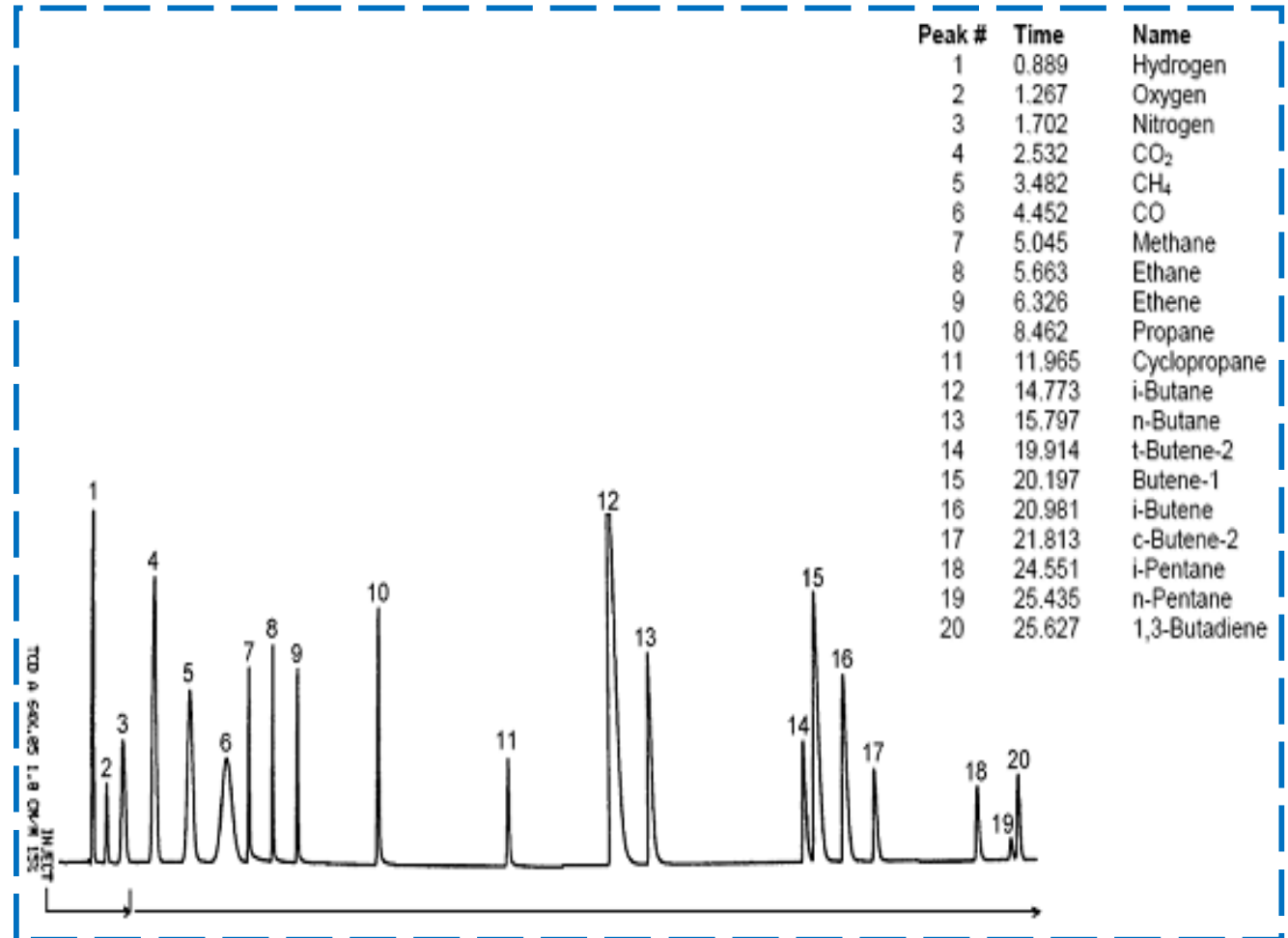
A₁C – нульова лінія;

AC – час утримання, об'єм утримання;

h – висота піка.

Хроматографічний якісний аналіз - ґрунтується на ідентифікації окремих піків (компоненти ідентифікують за часом утримання). Для цього використовують внутрішній стандарт (еталонний розчин).

Хроматографічний кількісний аналіз – ґрунтується на тому, що при постійній температурі колонки, швидкості потоку, виконанні інших умов, площа кожного піка або висота пропорційна концентрації відповідного компонента суміші.



Газовий хроматограф GC 2014 –
призначений для роботи як з
капілярними, так і з набивними
колонками і ідеально підходить
для виконання рутинних аналізів.

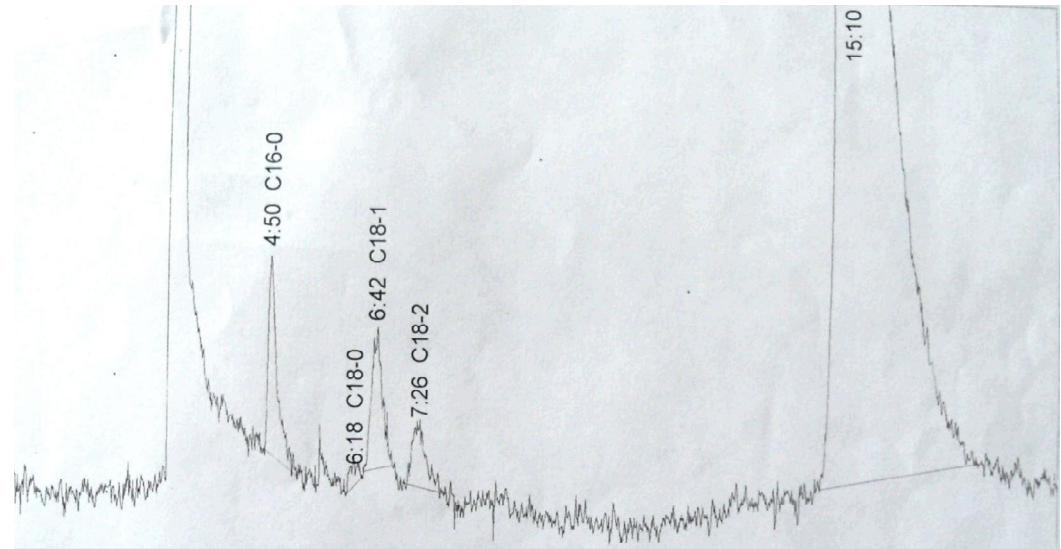


Портативний хроматограф Ахт-ПГ –
призначений для кількісного визначення
компонентного складу природного газу.

Визначення жирних кислот методом газової хроматографії

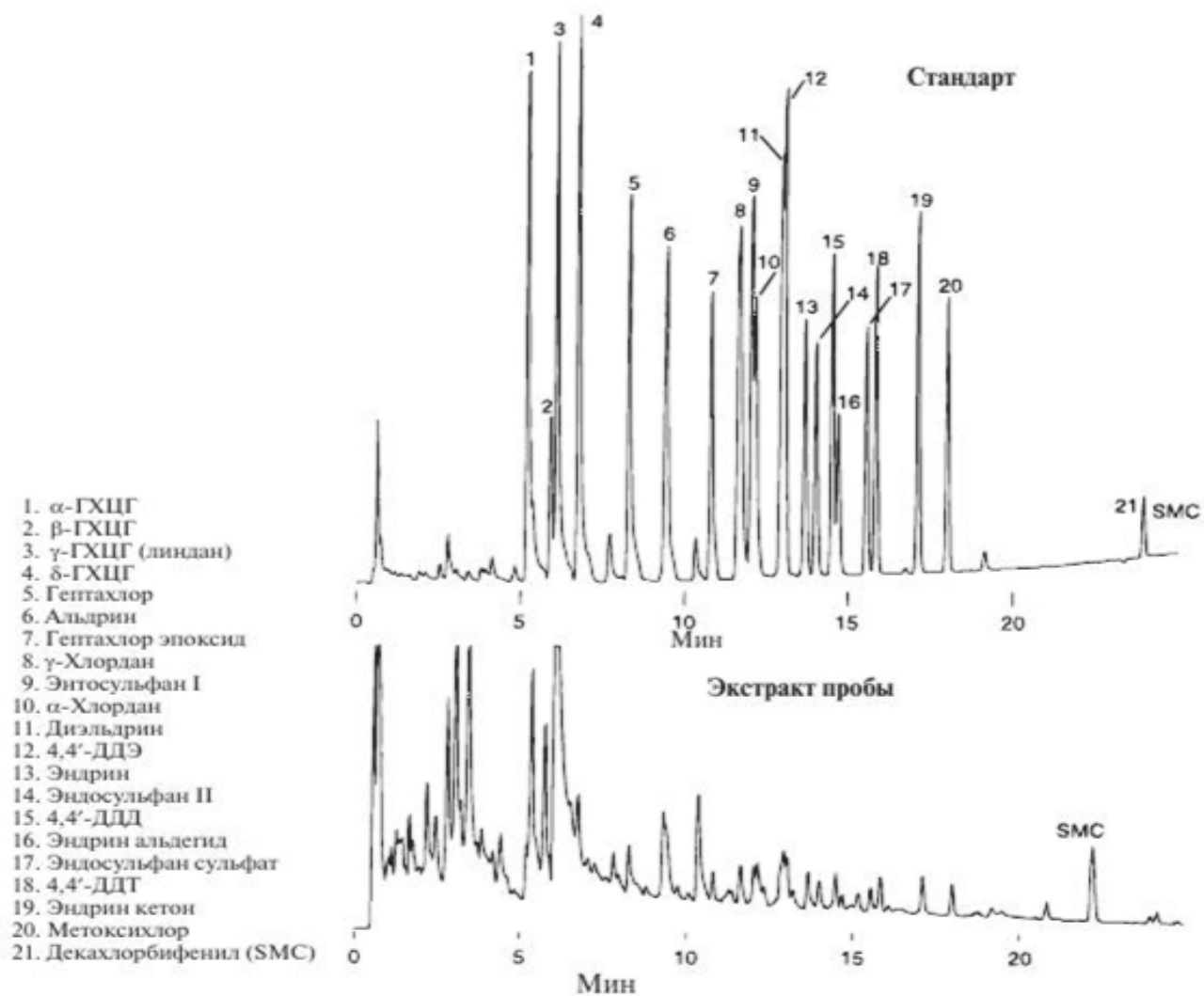


Обладнання: хроматограф газовий лабораторний з полум'яно-іонізаційним детектором і програмуванням температури, термостатом за температури не нижче 200⁰С, з випарником за температури не нижче 300⁰С.



Перші чотири піки відповідають жирним кислотам, а п'ятий - найбільший пік - відповідає невідомій для нас речовині.

Визначення пестицидів у воді методом газової хроматографії



АДСОРБЦІЙНО-РІДИННА ХРОМАТОГРАФІЯ - розподіл рідких речовин внаслідок різної адсорбуючої здатності їх на сорбенті.

Речовини за адсорбуючою здатністю на даному сорбенті утворюють адсорбційний ряд:

A > B > C

Рухома фаза - рідина, найчастіше це органічні розчинники чи їх суміш.

Нерухома фаза - твердий сорбент або зафіксована рідина.

Розподіл з використанням рідкої рухомої фази може бути заснований на механізмах:

- адсорбції,
- розподілу,
- іонного обміну.

Адсорбенти – пористі тіла з добре розвиненою внутрішньою поверхнею, що утримують рідини за допомогою міжмолекулярних і поверхневих явищ.

***Полярні адсорбенти** – силікагель (висушена желатиноподібна двоокис кремнію), оксид алюмінію, карбонат кальцію, целюлоза, крохмаль.*

***Неполярні адсорбенти** – активоване вугілля, порошок гуми і безліч інших, отриманих синтетичним шляхом.*



Основні характеристики хроматографа:

1. Характеристики колонки - насипна маса, щільність і питома поверхня абсорбенту, внутрішній діаметр і довжина колонки.

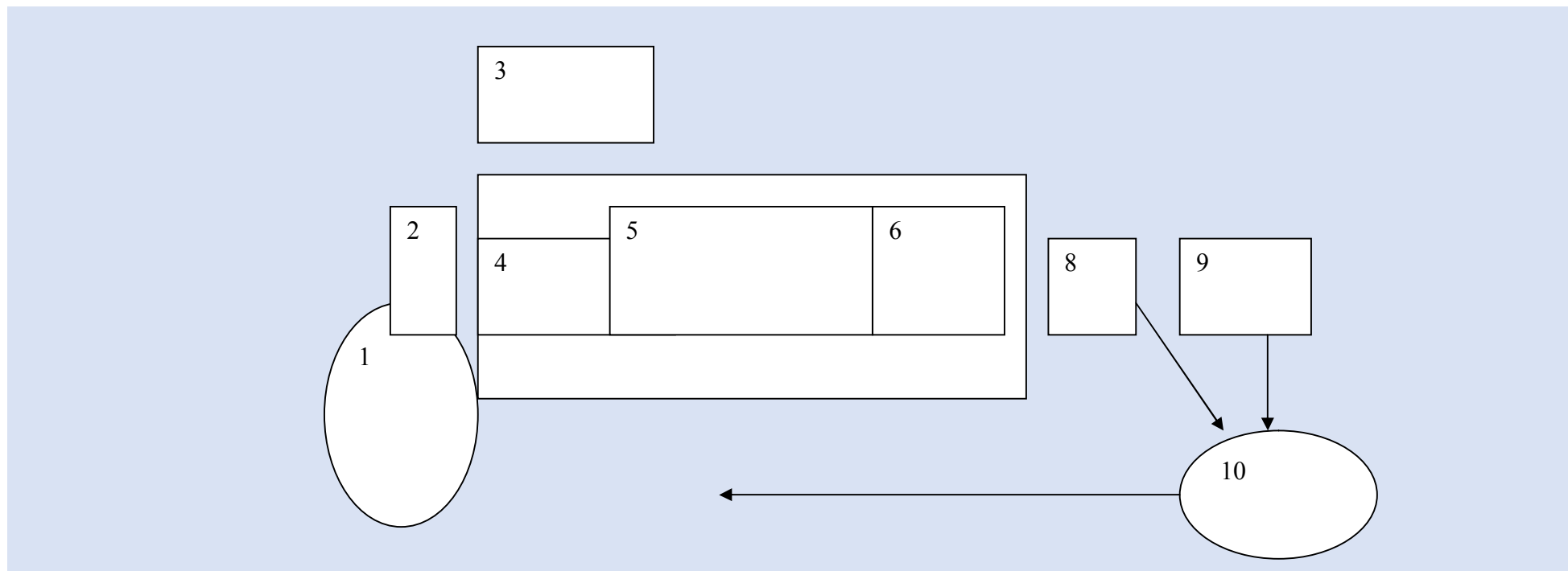
2. Умови проведення аналізу - швидкість потоку, температура розділення суміші і час утримування, за яким проводять детектування складу.

3. Якісний і кількісний аналіз - тільки при наявності стандартних зразків.

Якісний аналіз - дозволяє розділити і ідентифікувати речовини в суміші за відомими стандартними зразками, які попередньо вводяться в колонку, і за часом утримування їх детектують.

Кількісний аналіз - проводять за визначенням висоти або площі отриманих піків на хроматограмах, так як вони пропорційні концентрації дослідного компонента.

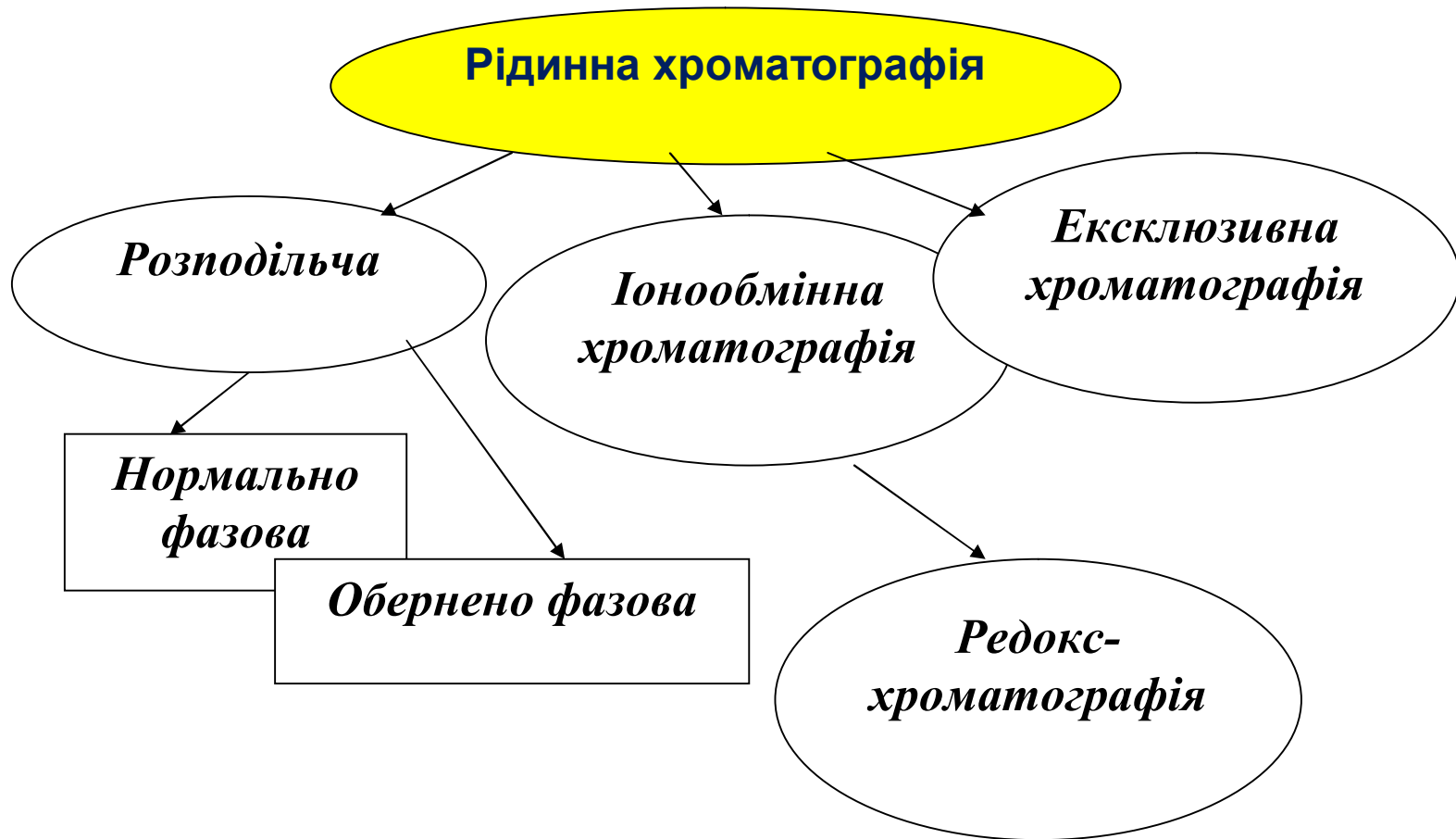




Принципова схема кожного хроматографа складається з наступних блоків:

- 1, 2 – блоки підготовки і подачі рухомої фази, 3 – блок введення дослідної проби;
 4 – випаровувач; 5 – хроматографічна колонка;
 6 – детектор, прилад, де утворюється аналітичний сигнал;
 7 – термостати; 8 – підсилювач сигналу; 9 – регістратор; 10 – ЕОМ

Залежно від процесів, що забезпечують розподіл, рідинна хроматографія має декілька варіантів, що застосовуються з аналітичними цілями:



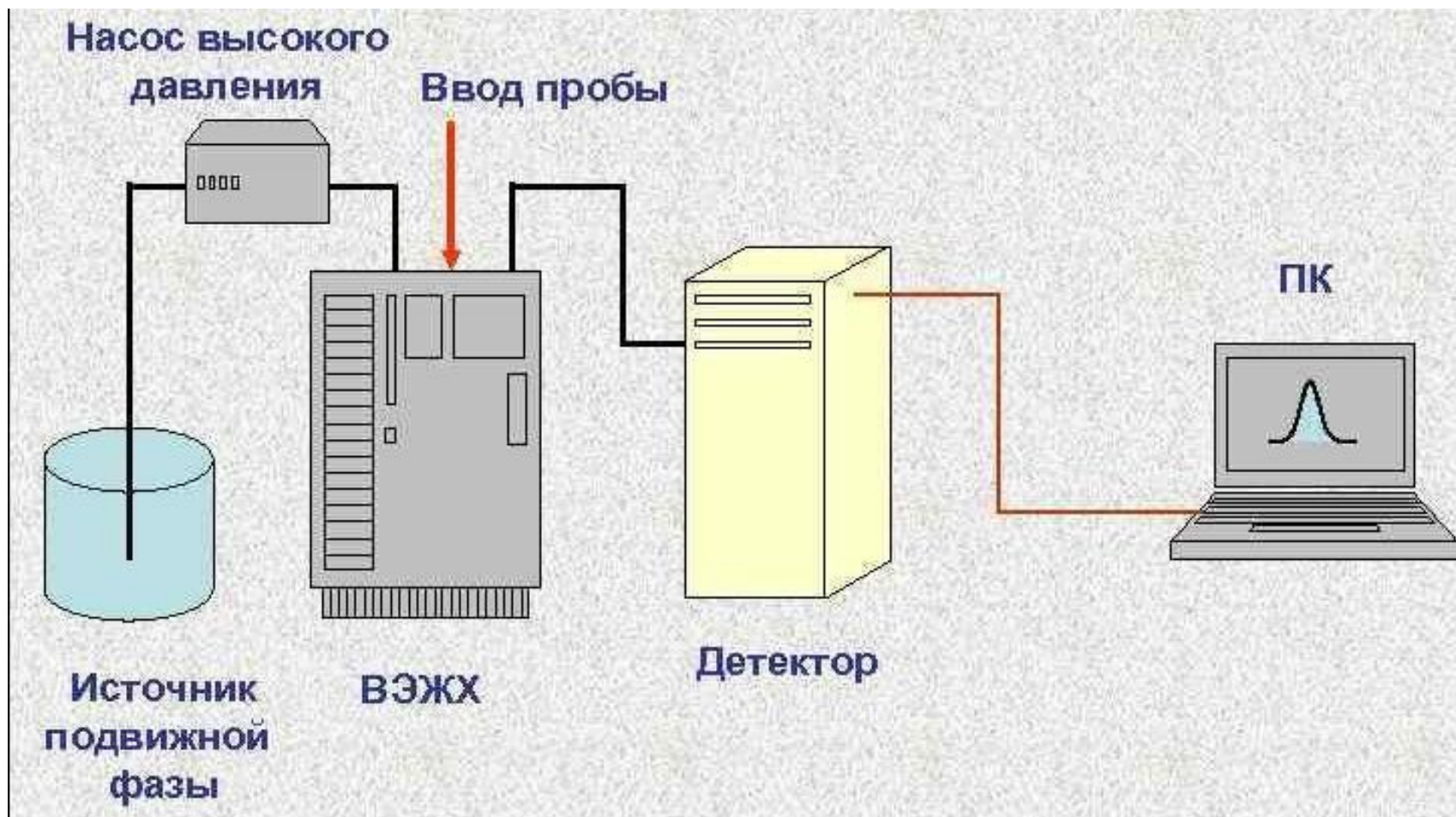


Схема хроматографа ВЕРХ

РОЗПОДІЛЬЧА ХРОМАТОГРАФІЯ - поділ речовин внаслідок їх різного розподілу між двома рідкими фазами:

- одна з яких - нерухома,
- інша - рухома.

В якості нерухомої фази найчастіше використовують:

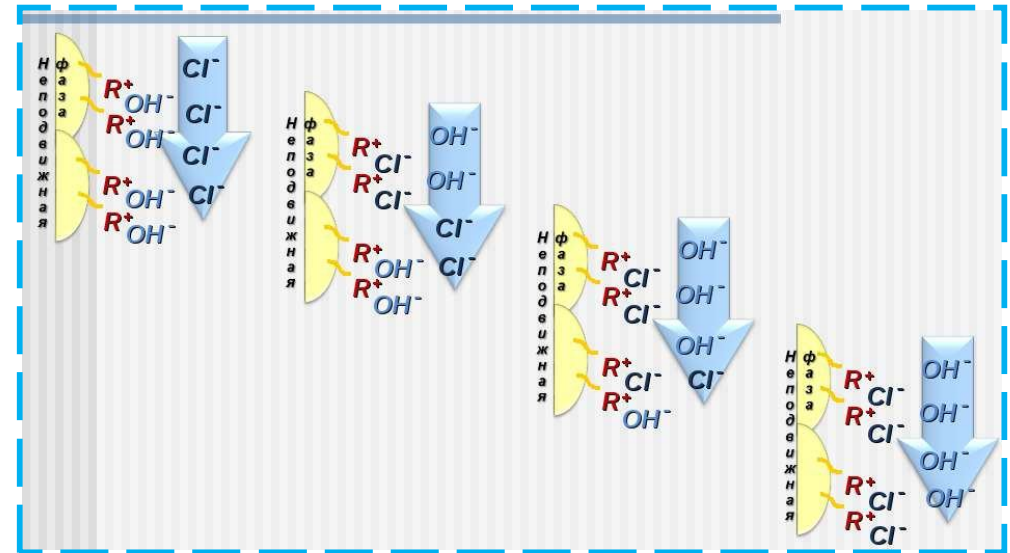
- воду,
- рідше - інші розчинники.

ІОНООБМІННА ХРОМАТОГРАФІЯ - розділення речовин, що базується на оборотному обміні іонів, що містяться в розчині, на іони, що входять до складу іонообмінника.

Утворення хроматогам при цьому відбувається внаслідок різної здатності до обміну іонів дослідного розчину.

Утворення хроматогам при цьому відбувається внаслідок різної здатності до обміну іонів дослідного розчину.

В якості елюента застосовують розчини електролітів.



Визначення каротиноїдного складу овочів методом рідинної хроматографії

Обладнання:

Рідинний хроматограф - Agilent 1200

хроматографічна колонка - Microsorb MV C18 :

➤ довжина 25 см,

➤ діаметр 4,6 мм,

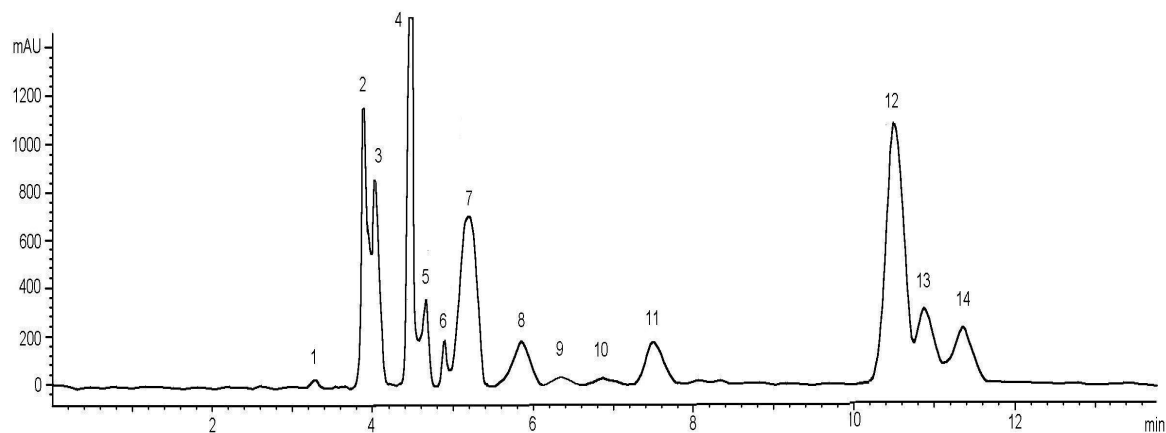
швидкість потоку - 0,7 мл/хв,

рухлива фаза –

метанол/ацетонітрил/гексан/метилхлорид = 20/40/20/20.



Сутність методу: заснований на попередньому екстрактивному вилученні каротиноїдів та супутніх сполук з рослинного матеріалу з подальшим їх розділенням та ідентифікацією.



Хроматограми екстрактів каротиноїдів, вилучених з моркви сорту Шантане сквирська:

- (а) — екстрагент спирт/толуол/гексан/ацетон = 10/7/6/7;
(б) — екстрагент спирт-гексан-ацетон.



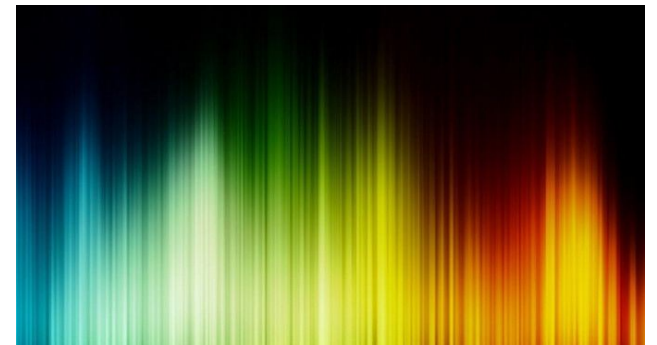
Каротиноїди, що ідентифіковані в різних сортах гарбуза та моркви

№	КАРОТИНОЇД	МАКСИМУМИ ПОГЛИНАННЯ У ВИДИМОМУ ДІАПАЗОНІ СПЕКТРУ, НМ		ЕПОКСИДНИЙ ТЕСТ
		Отримані дані	Літературні дані	
1.	<i>Віолаксантин</i>	422, 445, 473	420, 443, 471	380, 403, 431
2.	<i>Неоксантин</i>	415, 437, 465	415, 435, 462	397, 420, 450
3.	<i>Віолеоксантин</i>	441, 467	440, 469	402, 432
4.	<i>Лютеїн</i>	425, 447, 472	421, 444, 473	-
5.	<i>9-цис-лютеїн</i>	420, 442, 471	418, 440, 470	-
6.	<i>Нео лютеїн</i>	408, 429, 455	410, 432, 458	-
7.	<i>α-епокси-каротин</i>	456, 487	454, 483	436, 465
8.	<i>α-каротин</i>	423, 445, 474	425, 448, 476	-
9.	<i>Транс-</i>	453, 480	430, 457, 484	-
10.	<i>9-цис-β-каротин</i>	423, 451, 482	425, 452, 482	-
11.	<i>13-цис-β-каротин</i>	418, 444, 476	421, 446, 479	-

ТЕМА 5. СПЕКТРАЛЬНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТОВАРІВ

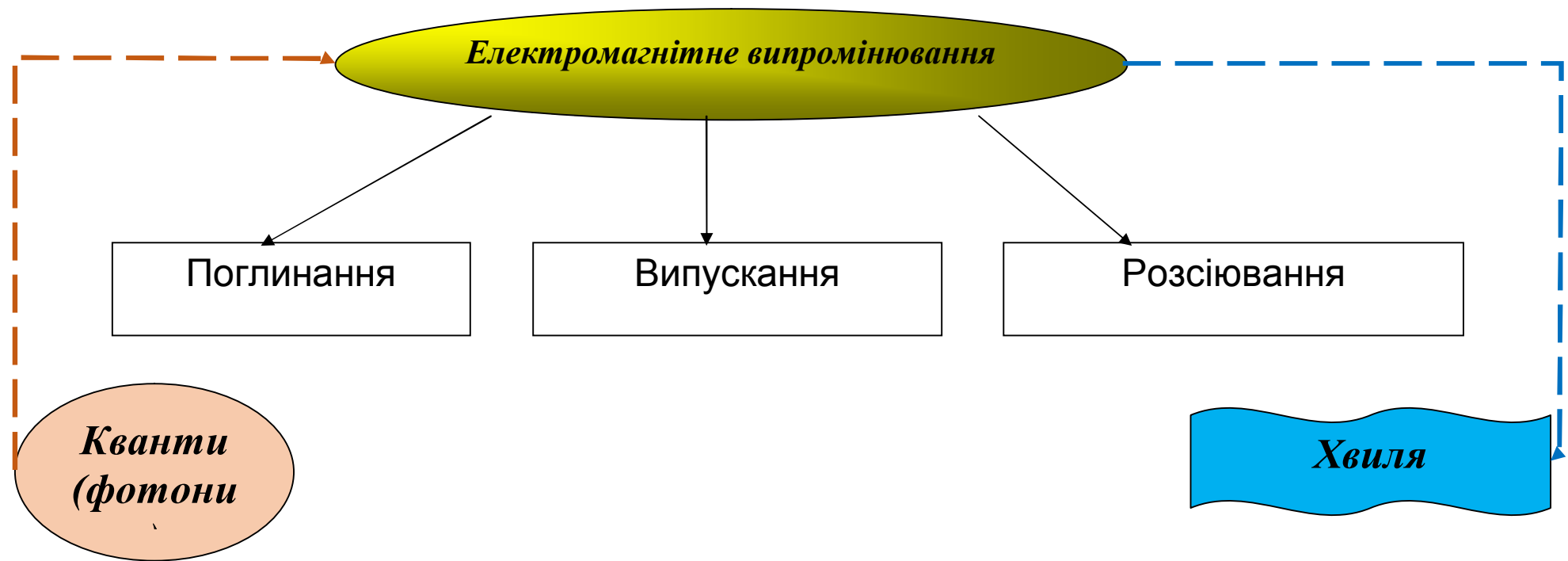
Питання до теми

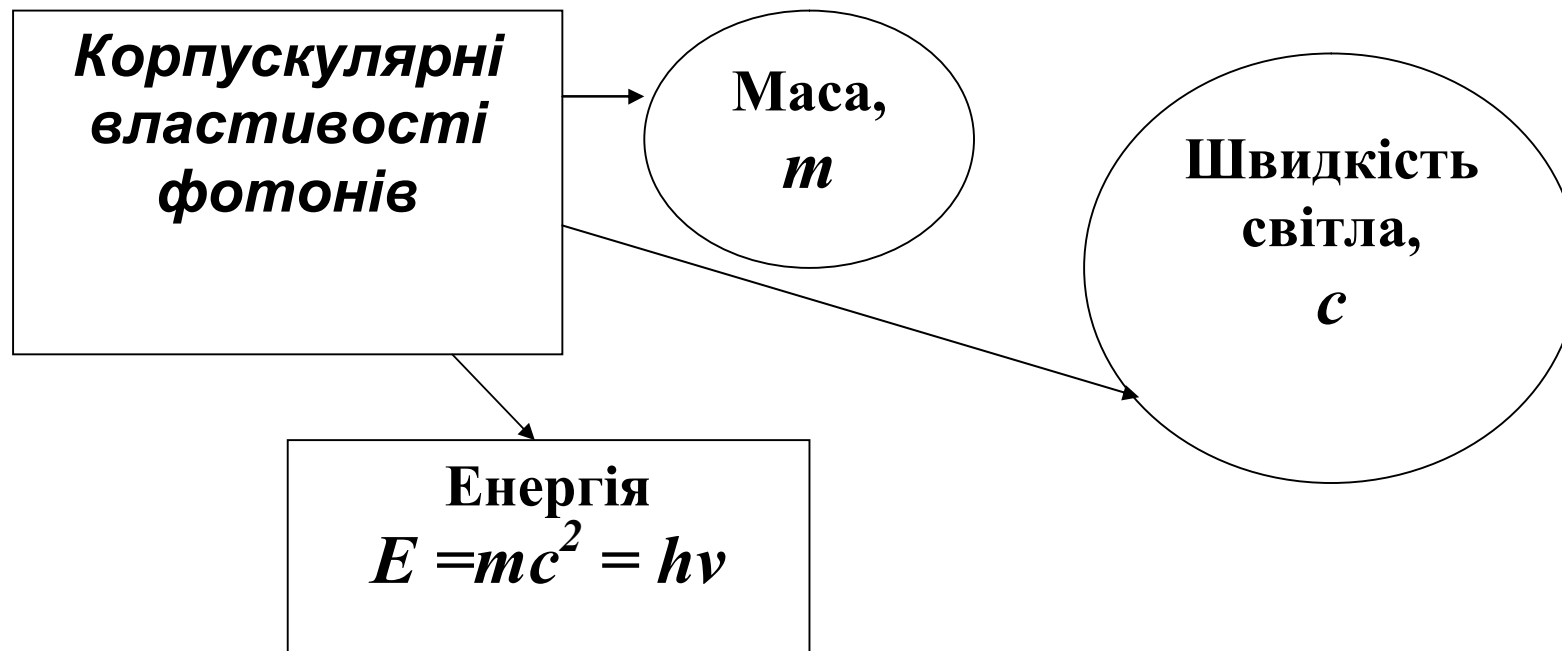
- 1. Основи спектроскопічних методів аналізу**
- 2. Метод спектрофотометрії для аналізу різних груп товарів**
- 3. Видима, ІЧ-, УФ- спектроскопія**
- 4. Якісний та кількісний люмінесцентний аналіз**
- 5. Методи атомно-емісійної спектроскопії та полум'яно-емісійної фотометрії**
- 6. Мас-спектрометрія, її роль для визначення хімічного складу та молекулярної структури речовини**



Спектроскопія — розділ фізики, присвячений вивченню спектрів електромагнітного випромінювання.

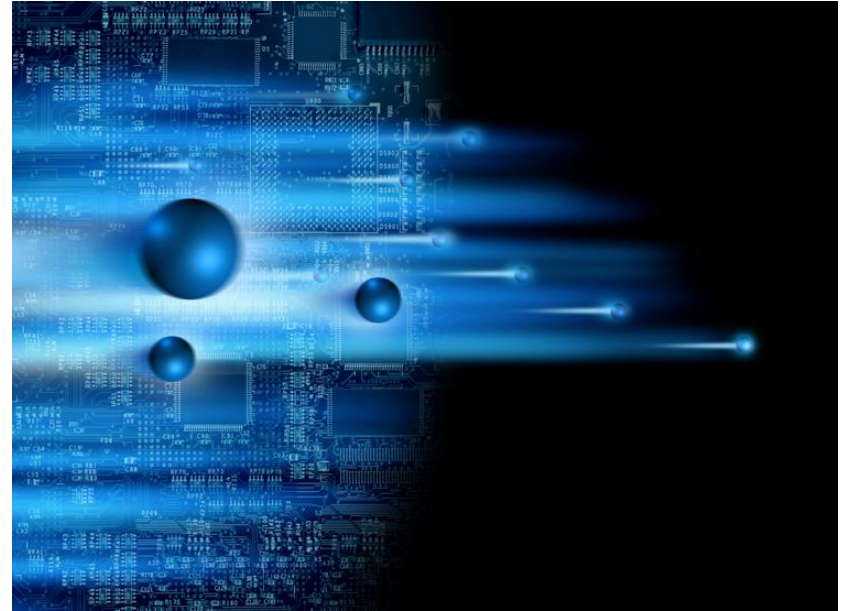
Спектроскопічні методи аналізу - засновані на вивченні взаємодії речовини з електромагнітним випромінюванням.



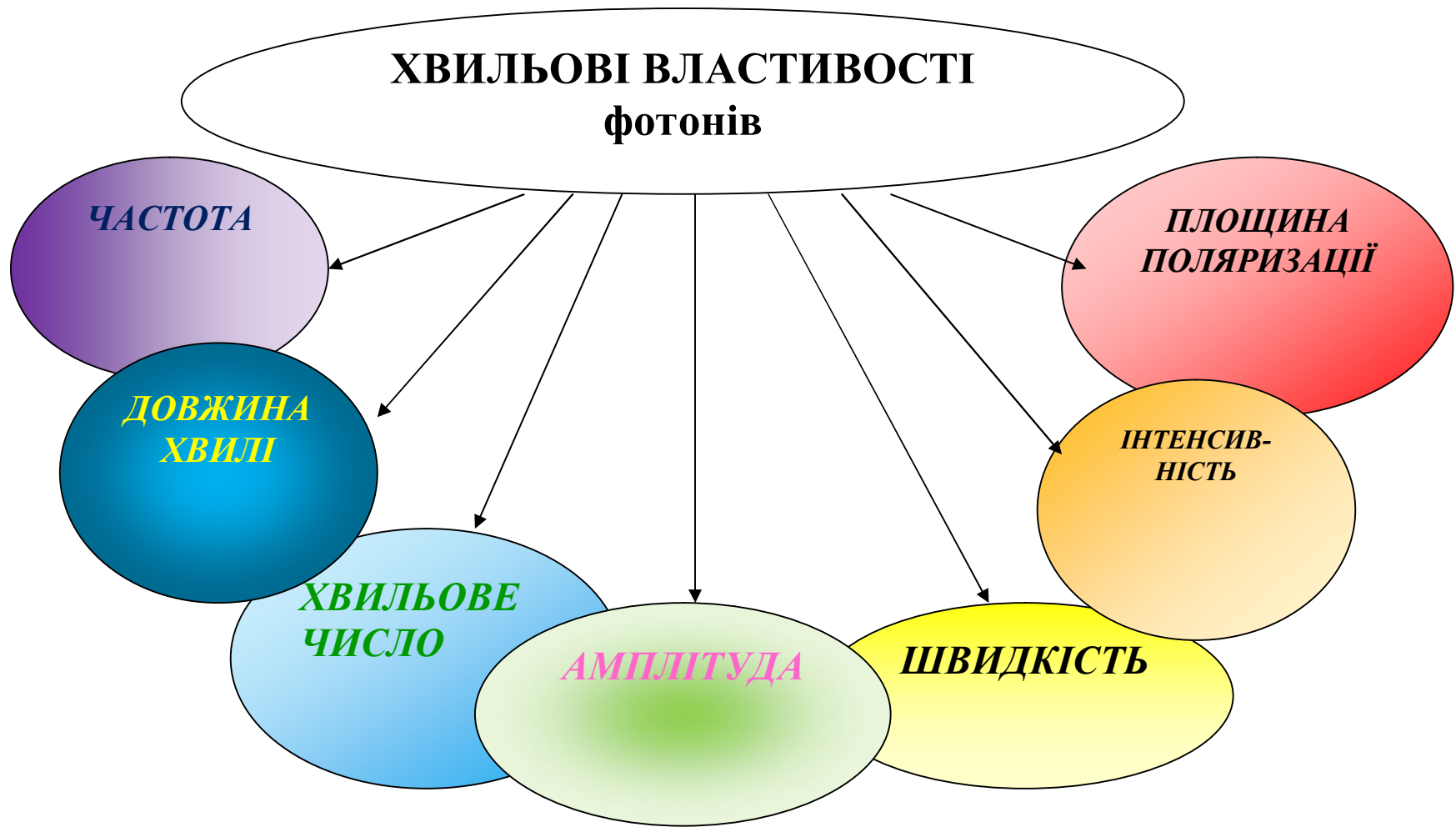


Потік фотонів:

- ◆ *з однаковою ν – називають монохроматичним,*

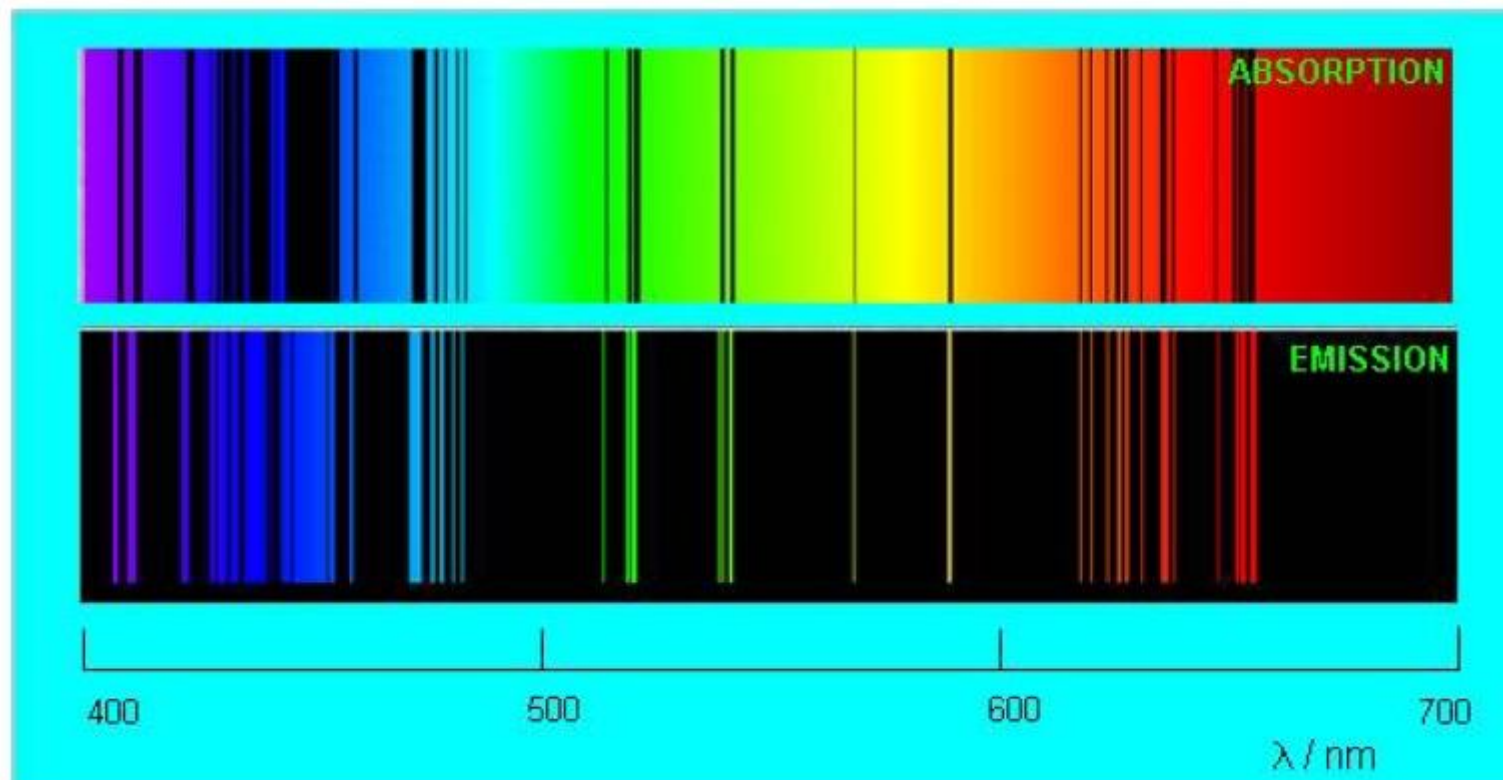


- ◆ *з різними ν – поліхроматичним.*

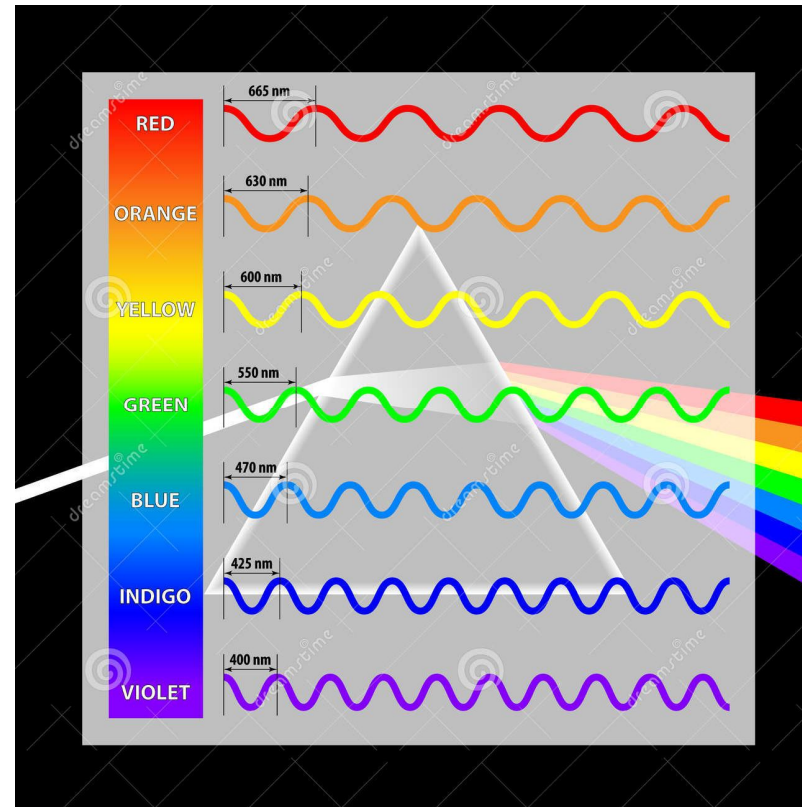


Сукупність всіх квантов з однією і тією же частотою складає спектральну лінію:

- ◆ при поглинанні – **абсорбційну**,
- ◆ при випусканні – **емісійну**.



Спектрофотометрія - оптичний метод аналізу, що ґрунтується на отриманні спектра поглинання або вимірюванні світлопоглинання при певній довжині хвилі, яка відповідає максимуму кривої поглинання досліджуваної речовини.



ДОВЖИНИ ХВИЛЬ ДІЛЯНОК ВИДИМОЇ ОБЛАСТІ СПЕКТРУ

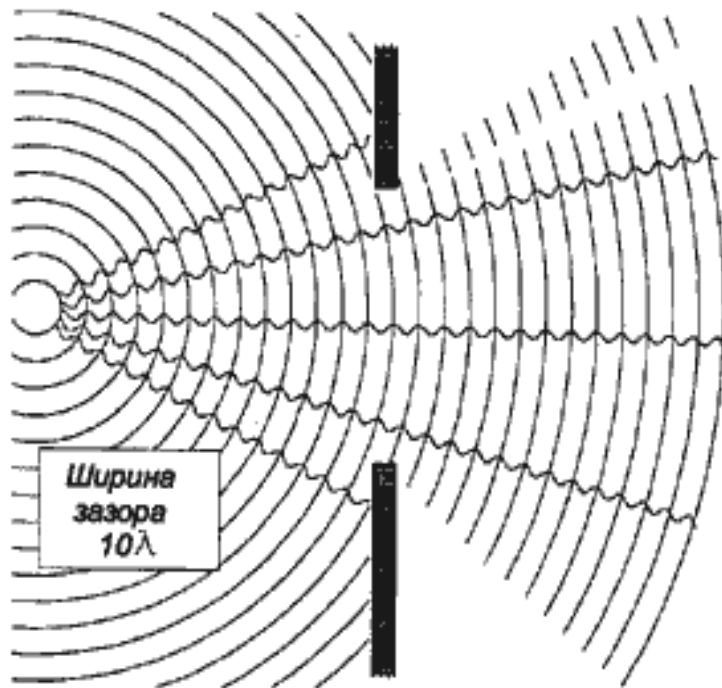
Фотоелектроколориметри - (КФК, ФЕК-56М, ФЕК-56) призначені для вимірювання пропускання або оптичної щільності розчинів в діапазоні 315-630 нм і визначення концентрації речовин в розчині фотометричним методом). Середня похибка вимірювань - 0,3%.

Види світлофільтрів

Довжина хвилі, нм	Колір світлофільтру	Колір розчину, що досліджується
320-420	Фіолетовий	Жовто-зелений
420-440	Синій	Жовтий
440-470	Блакитний	Помаранчевий
470-500	Зелено-голубий	Червоний
500-520	Зелений	Пурпурний
520-550	Жовто-зелений	Фіолетовий
550-580	Жовтий	Синій
580-620	Помаранчевий	Блакитний
620-680	Червоний	Зелено-голубий
680-700	Пурпурний	Зелений

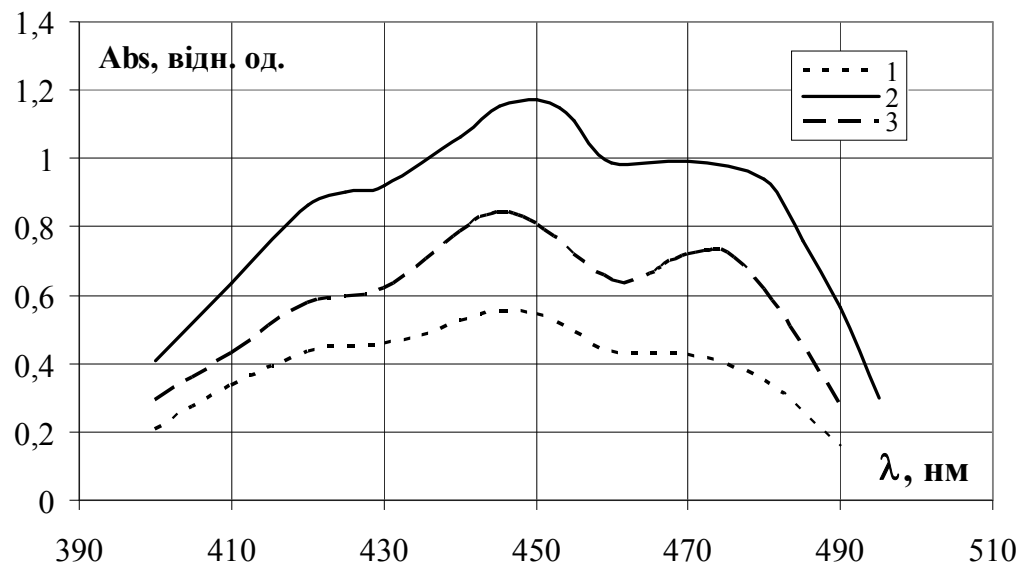
Спектрофотометри – дозволяють отримувати світловий потік будь-якої необхідної довжини хвилі, проводити фотометричні вимірювання, скануючи (переглядаючи) весь діапазон довжин хвиль.

Диспергуючий елемент:



ВИКОРИСТАННЯ МЕТОДУ СПЕКТРОФОТОМЕТРІЇ

Обладнання: спектрофотометр *Specord UV-Vis M-40*,
видимий діапазон спектру 400...700 нм,
кювета – 10 мм



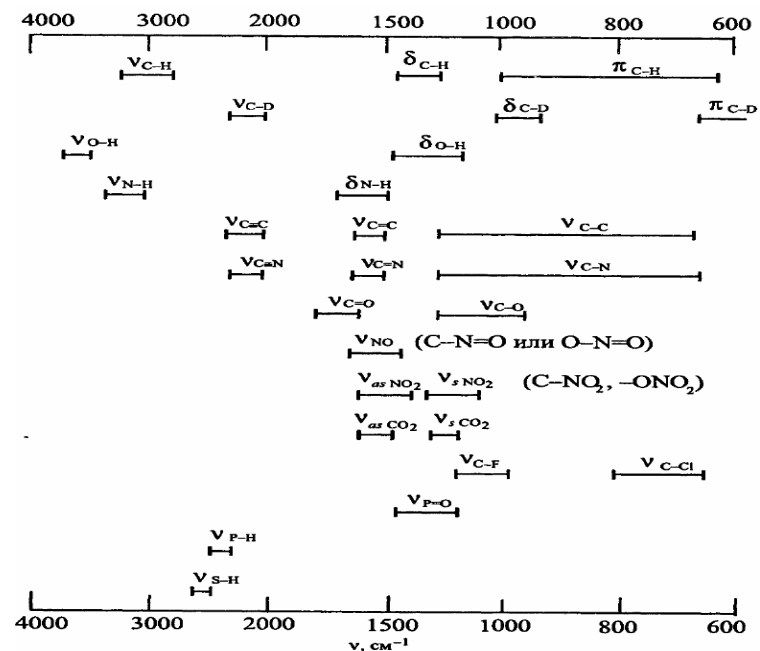
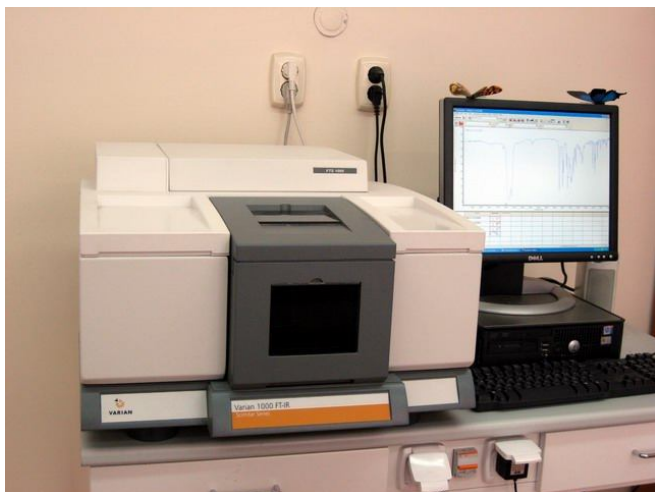
Ідентифікація пігментів різних сортів моркви за спектрами поглинання екстрактів:

*1 - сорт Оленка; 2 - сорт Шантане сквирська;
3 сорт Нантська харківська.*

Інфрачервона спектроскопія :

1. Якісний аналіз - ідентифікація за смугами абсорбції (поглинання), пропускання: основні характеристики - $\lambda_{\text{макс}}$, інтенсивність A , пропускання ($T, \%$).

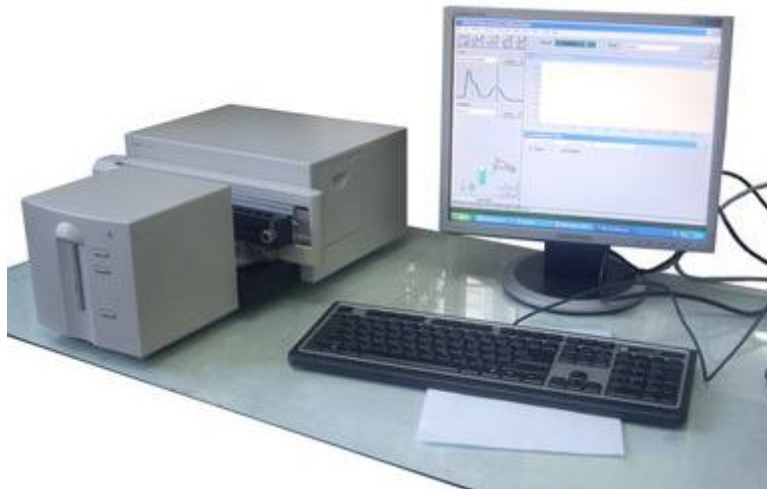
2. Кількісний аналіз - концентрацію речовини знаходять за градувальним графіком.



Ультрафіолетова спектроскопія

1. Якісний аналіз - ідентифікація за смугами абсорбції (поглинання): основні характеристики - $\lambda_{\text{макс}}$, інтенсивність A .

2. Кількісний аналіз - концентрацію речовини знаходять за градувальним графіком.

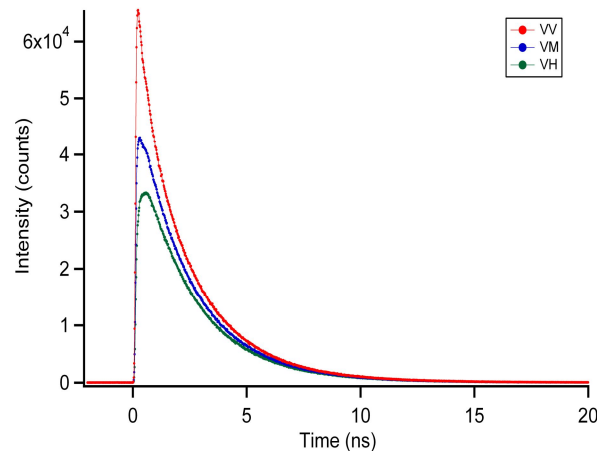


Люмінесценція – світіння речовини, що виникає після поглинання ним енергії збудження.

Молекулярна фотолюмінесценція:

флуоресценція - характеризується малою тривалістю (менш 10^{-6} с) і обумовлена випусканням фотонів при переході системи із збудженого стану тієї ж мультиплетності, що і основний стан.

Фосфоресценція - тривалість світіння (від доль до декількох десятків с), яке виникає при переході в основний стан із збудженого стану іншої мультиплетності.



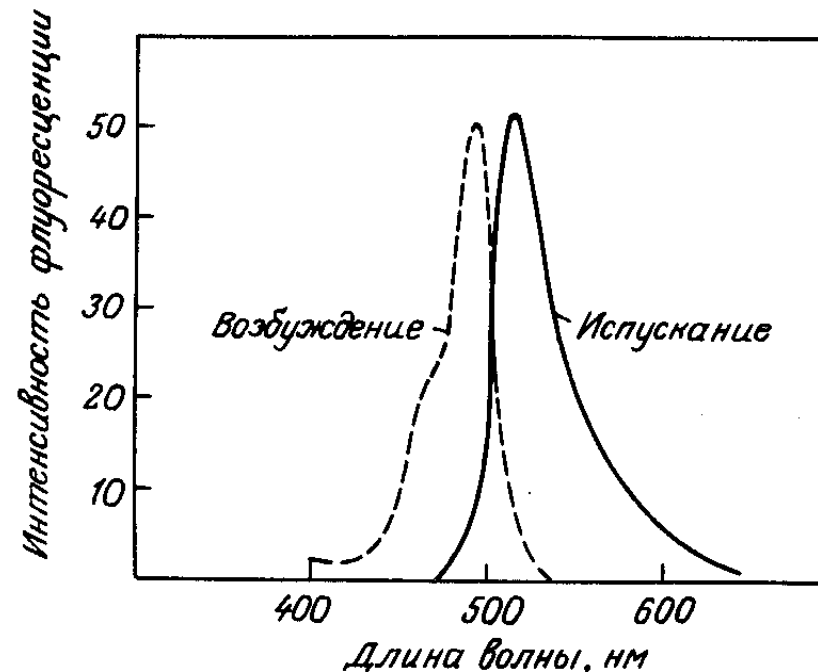
ФЛУОРИМЕТРІЯ:

1. Якісний аналіз - спроможність аналізованої речовини у відповідних умовах люмінесціювати.

Ідентифікацію органічних сполук проводять за спектральними характеристиками флуоресценції (окремий випадок люмінесценції) або за кольором флуоресцентного випромінювання.

Для неорганічних іонів - використовують реакції утворення комплексних сполук з органічними реагентами, що призводить до появи люмінесценції.

Аналіз суміші речовин, що люмінесціюють, - використовують світлофільтри для виділення люмінесценції визначеної довжини хвилі.



Показники люмінесценції для визначення видової приналежності м'яса

Вид м'яса	Колір люмінесценції
<i>Яловичина</i>	<i>Темно-червоний або Червоно-фіолетовий з оксамитовим відтінком</i>
<i>Баранина</i>	<i>Темно-коричневий</i>
<i>Свинина</i>	<i>Рожевий з коричневим відтінком</i>
<i>Телятина</i>	<i>Світло-коричневий</i>
<i>Конина</i>	<i>Темно-коричневий з іржавим відтінком</i>
<i>Кістки і сполучно-ткані освіти (сухожилля, фасції, хрящі)</i>	<i>Світло-блакитний</i>
<i>Жирові тканини</i>	<i>Світло-жовтий</i>

Показники люмінесценції м'яса яловичини в залежності від ступеня свіжості

Ступінь свіжості м'яса-яловичини	Колір люмінесценції	
	м'язова тканина	м'ясний екстракт
<i>Свіже</i>	<i>Бархатистий, темно-червоний</i>	<i>Темний, жовто-зелений</i>
<i>З початковими ознаками псування</i>	<i>Темний фон світіння з одиничними точками, що світяться</i>	<i>Зелено-блакитний</i>
<i>Несвіже</i>	<i>Тьмянний, бордовий, нерівномірний, з безліччю точок, що світяться і зеленими плямами</i>	<i>Блакитний</i>

2. Кількісний аналіз – залежність інтенсивності флуоресценції розчинів від концентрації речовин, що флуоресціюють.

Інтенсивність флуоресценції для розведених розчинів у зоні концентрацій 10^{-7} - 10^{-4} моль/дм визначають за формулою:

$$F = I_0 * 2,3 * \epsilon * b * c * \varphi$$

де F — інтенсивність флуоресценції, квант * c^{-1} ;

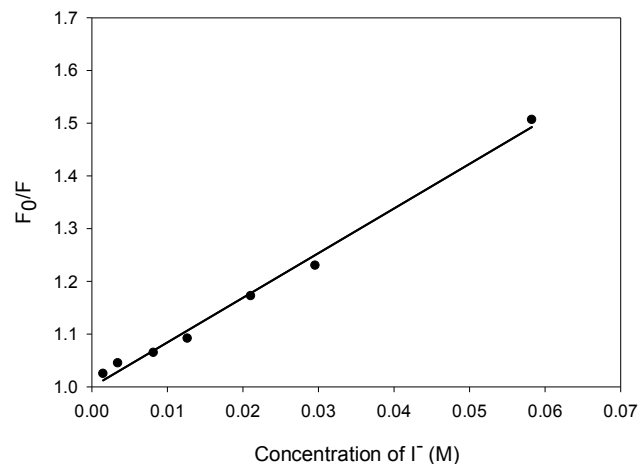
I_0 — інтенсивність збуджувального світла, квант * c^{-1} ;

ϵ — молярний коефіцієнт поглинання;

b — товщина шару розчину, см;

c — концентрація розчину, моль/дм³;

φ — квантовий вихід флуоресценції, що залежить від природи речовини.

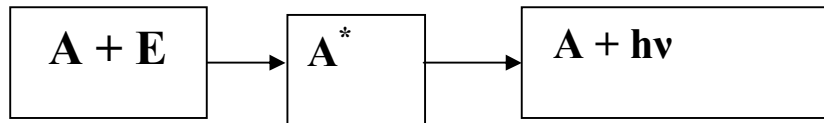




Метод застосовують для визначення неорганічних та органічних речовин (антибіотики, вітаміни, гормони тощо)

Метод атомно-емісійної спектроскопії (АЕС) - заснований на випусканні (емісії) квантів електромагнітного випромінювання збудженими атомами.

Загальна схема атомної емісії:



A – атом елемента,

E – енергія;

A^* -збуджений атом;

$h\nu$ – випускаємий кван світла.

Емісійний спектр складається з великої кількості спектральних ліній різної інтенсивності:

Спосіб атомізації є одночасно і способом збудження атомів.

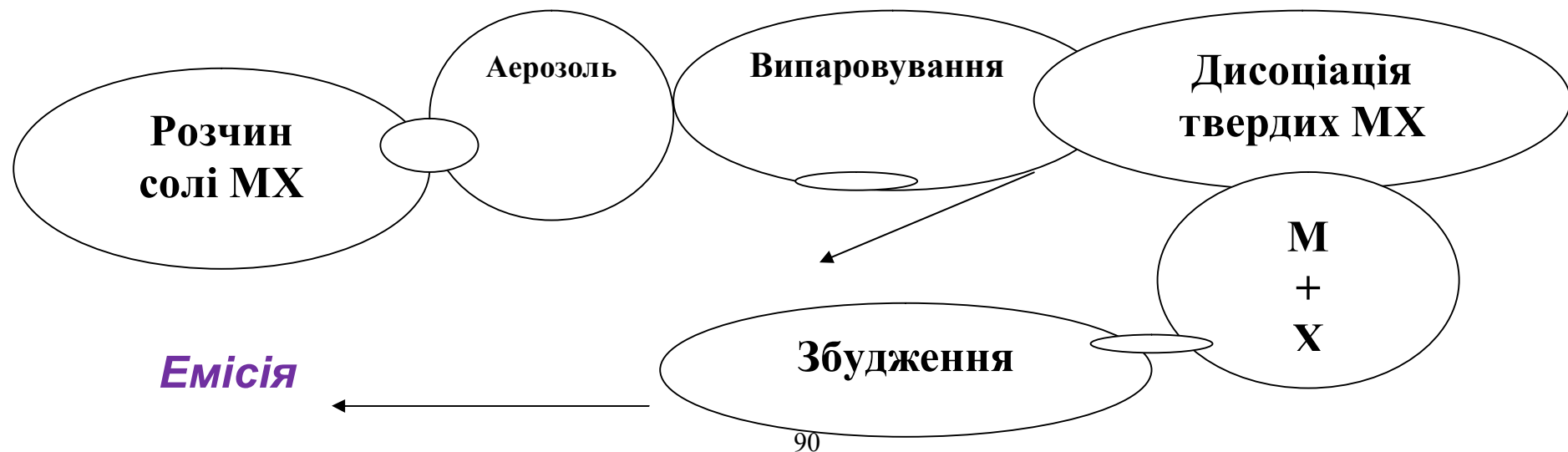
Сучасний атомізатор – індуктивно зв'язана плазма (ІЗП).



Використання - для визначення концентрацій приблизно 60 хімічних елементів що входять до складу різних сумішей.

Емісійна фотометрія полум'я – оптичний метод елементного аналізу за атомними спектрами випускання, які отримують переведенням аналізованої речовини в атомну пару в полум'ї.

1. Вимірюється інтенсивність випромінювання збудженими атомами.
2. В цьому методі аналізу **атомізація і збудження атомів** відбувається в полум'ї.
3. Для вимірювання кожного виду атомів вибирають свою **монохроматичну резонансну лінію** в спектрі випромінювання.
4. Для збудження резонансних переходів легко збуджуваних атомів достатньою є температура полум'я ($1700 - 3000^{\circ}\text{C}$.) - згоряння деяких органічних речовин.



Аналітичний сигнал – зменшення інтенсивності початкового випромінювання.

Фактори, що впливають на аналітичний сигнал



Способи збудження

- 1. Щоб поглинання енергії атомами було помітне, треба направляти на атомні пари проби випромінювання з дуже вузьким інтервалом довжин хвиль.*
- 2. Краще – з однією довжиною хвилі, що відповідає лише одному енергетичному переходу.*
- 3. Ідеальне джерело - лампа з порожнім катодом, що виготовлений з того ж самого металу, що й визначаємий компонент.*

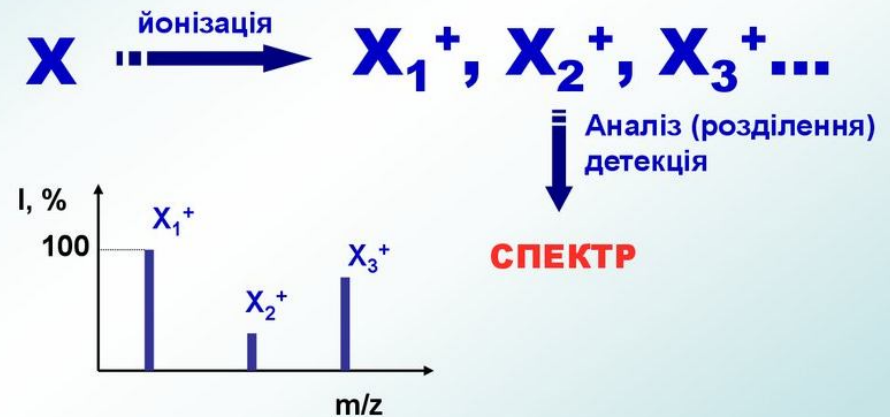
Способи визначення концентрації - метод градувального графіку та метод добавок.

Застосування методу - для визначення лужних, лужноземельних, а також деяких інших металів.

Мас-спектрометрія — метод визначення хімічного, фазового складу і молекулярної структури речовини, що базується на реєстрації спектра мас іонів, утворених внаслідок іонізації атомів і (або) молекул проби.

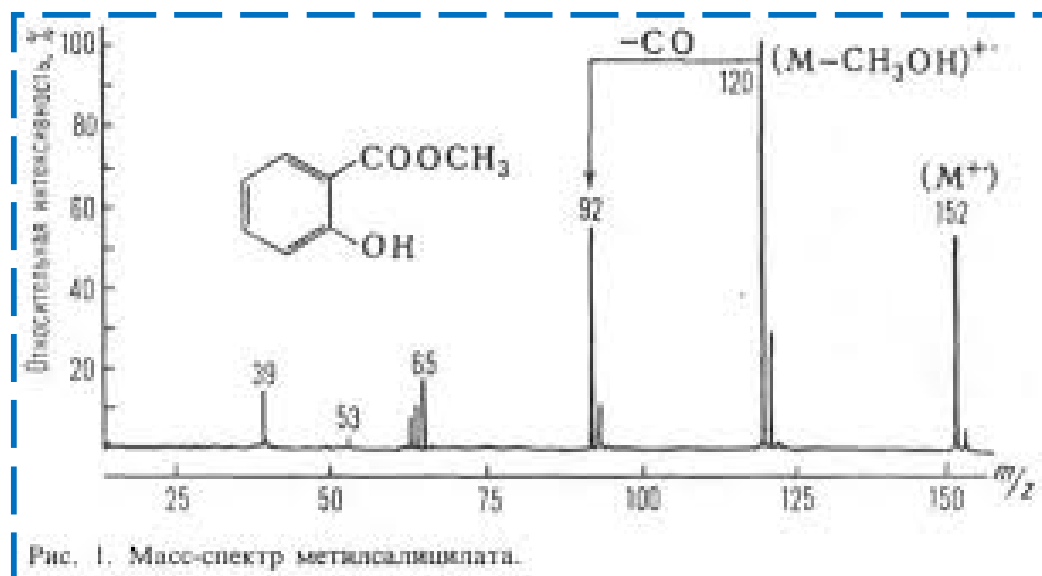
Спосіб іонізації – пучок електронів або іонів, лазерне випромінювання.

- МАС-СПЕКТРОМЕТРІЯ – ФІЗИЧНИЙ МЕТОД ДОСЛІДЖЕННЯ, ЩО БАЗУЄТЬСЯ НА ПЕРЕТВОРЕННІ РЕЧОВИН В ЙОНИ (ЙОНІЗАЦІЇ) ТА НАСТУПНОМУ АНАЛІЗІ ЙОНІВ ЗА ЇХ МАСАМИ (ВІДНОШЕННЯМИ МАС ДО ЗАРЯДІВ)



Мас-спектр — це залежність інтенсивності іонного струму (кількості речовини) від відношення маси до заряду (природи речовини).

Оскільки маса будь-якої молекули складається з мас атомів, що входять до її складу, мас-спектр завжди дискретний:



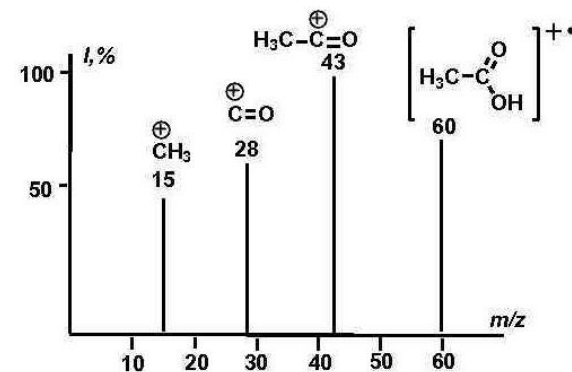
Одним зі способів встановлення будови досліджуваної сполуки є автоматичне порівняння зареєстрованого спектра з банком спектрів, уведених до пам'яті ЕОМ.

Мас-спектрометр - фізичний прилад для визначення мас іонізованих атомів або молекул.



При проведенні аналізу одночасно визначаються число хімічних елементів у природних об'єктах — до 40; одночасно з елементним складом (з точністю до 1% при наявності стандартних зразків і до 30% при безеталонному аналізі) визначається ізотопний склад (з точністю до 10^{-1} – $10^{-2}\%$) речовини.

Масс-спектр уксусной кислоты



1. Молекулярная масса – 60.
2. Молекулярная формула – $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$.
3. Строение вещества – CH_3COOH .

Використання:

1. Особливо широке застосування мас-спектрометрія знаходить в аналізі органічних речовин, оскільки забезпечує впевнену ідентифікацію як щодо простих, так і складних молекул. Єдина загальна вимога — щоб молекула піддавалася іонізації.
2. Мас-спектроскопія належить до найінформативніших методів і відрізняється високими аналітичними характеристиками, дозволяє провести аналіз твердих, рідких і газоподібних речовин.
3. Безпосереднє використання методу мас-спектрометрії для аналізу вин нераціональне через високу складність системи. Зазвичай він використовується у варіанті хромато-мас-спектрометрії (ГХ-МС) – 305 методу, заснованого на поєднанні переваг ГХ та мас-спектрометрії; хроматографічна частина забезпечує розділення на індивідуальні компоненти, а мас-спектрометрична – їх надійну ідентифікацію.
4. Досить поширеними є й рідинні комплекси ВЕРХ-МС. Хромато-масспектрометрія є потужним, інформативним та визнаним методом ідентифікації виноробної продукції, що дозволяє ідентифікувати та кількісно визначити компоненти на рівні 0,001 частини на мільйон.



СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Зінчук В. К. Фізико – хімічні методи аналізу : навч. посіб. / В. К. Зінчук, Г. Д. Левицька, Л. О. Лубенська. – Л. : Видав, центр ЛНУ ім. Івана Франка, 2008.
2. Врублевська Т. Я. Методи розділення та концентрування речовин в аналізі / Т. Я. Врублевська. – Львів : ВЦ ЛНУ ім. І. Франка, 2002.
3. Набиванець Б. Й. Аналітична хімія природного середовища / Б. Й. Набиванець, В. В. Сухан, Л. В. Калабіна. – К. : Либідь, 2000.
4. Пасальський Б. К. Хімія та методи дослідження сировини та матеріалів : навч. посіб. / Б. К. Пасальський ; за ред. А. А. Мазаракі. – К. : КНТЕУ, 2005.
5. Душейко В. А. Фізико – хімічні методи дослідження сировини і матеріалів : навч. посіб. / В. А. Душейко. – К. : КНТЕУ, 2003.
6. Штокало М. И. Молекулярно – абсорбційний спектральний аналіз : навч. посіб. / М. И. Штокало, Є. Є. Костенко, О. М. Бутенко. – Вінниця : Нова книга, 2005.
7. Аналітична хімія : навч.-довідк. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / В. В. Болотов, О. А. Євтіфєєва, Т. В. Жукова, Л. Ю. Клименко, О. Є. Микитенко, В. П. Мороз, І. Ю. Петухова; за заг. ред. В. В. Болотова. — Харків : НФаУ ; Оригінал, 2012.

Навчальне електронне видання
комбінованого використання
Можна використовувати в локальному та мережному режимах

СУЧАСНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Візуальне супроводження курсу для студентів спеціальності
076 «Підприємництво, торгівля та біржова діяльність»
освітній ступінь бакалавр

Укладач
ЩЕРБАКОВА Тетяна Віталіївна
БАРНА Тетяна Іванівна

Відповідальна за випуск зав. кафедри товарознавства та експертизи товарів
д-р техн. наук, проф. А.А.Дубініна

Авторська редакція

План 2020 р., поз. 108

Підп. до друку 08.07.2020 р. Один електронний оптичний диск (CD-ROM);
супровідна документація. Об'єм даних 10,1 Мб. Тираж 10 прим.

Видавець і виготівник
Харківський державний університет харчування та торгівлі
вул. Клочківська, 333, м. Харків, 61051.
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4417 від 10.10.2012 р.