

Химические методы анализа

Этими методами устанавливают химический состав пищевых продуктов, определяют показатели, характеризующие качество сырья. С их помощью можно судить об изменениях, происходящих в пищевых продуктах при транспортировании, хранении и реализации.

Такие методы основаны на химических реакциях исследуемого вещества с определенными реактивами с использованием приемов весового и объемного анализов.

Химическими методами определяют содержание в пищевых продуктах минеральных веществ, воды, сахаров, жиров, а также витаминов и других компонентов.

В товароведной практике эти методы широко используют для установления соответствия химического состава пищевых продуктов требованиям стандартов.

К химическим методам анализа относят гравиметрический и титриметрический анализ.

В гравиметрическом (весовом) анализе количественный состав анализируемого вещества определяют путем *измерения массы взвешиванием*. Отсюда происходит одно из названий метода - весовой.

Гравиметрический анализ основан на законе сохранения массы и постоянства состава вещества, поэтому заключается в точном измерении определяемого компонента, полученного в виде соединения известного химического состава. Измерение массы выполняется на аналитических весах с точностью до 0,0002 г. Этот метод в лабораториях часто используют для определения влажности, зольности, содержания отдельных элементов или соединений.

Гравиметрический анализ можно разделить на три группы методов: **метод выделения, отгонки и осаждения.**

Метод выделения основан на выделении определяемой составной части из вещества и точно взвешивают. Так определяют зольность продуктов. Взвешенный на аналитических весах исходный продукт сжигают, полученную золу доводят до постоянной массы и взвешивают. Тогда зольность продукта рассчитывают по формуле

$$X = B * 100 / A,$$

где А – навеска продукта составляет 100%,

В - масса прокаленной золы, г.

Метод отгонки.

Из навески исходного вещества полностью удаляют определяемую составную часть и остаток взвешивают, так определяют влажность продуктов. Навеску исходного вещества A г. высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы – B г. Масса удаленной влаги $(A-B)$ г.

Влажность продукта определяют по формуле

$$X = (A - B) * 100 / A.$$

Метод осаждения.

Этот метод основан на количественном осаждении искомого иона в виде малорастворимого соединения определенного химического состава. Выделившийся осадок отфильтровывают, промывают, высушивают, прокаливают и точно взвешивают. По массе прокаленного осадка вычисляют содержание определяемого компонента в исследуемом образце.

Требования к осадкам в гравиметрическом анализе.

Важнейшей операцией гравиметрического анализа является процесс образования осадка. От химического состава и структуры осадка (кристаллический или аморфный) в значительной степени зависит точность результатов анализа. На точность результатов анализа также влияет поведение осадка при сушке и прокаливании. Очень часто при прокаливании осадки изменяют свой химический состав.

В гравиметрическом анализе выделяют следующие понятия:

Осаждаемая форма – химический состав осадка, в виде которого осаждают определяемые компоненты.

Гравиметрическая форма – химический состав прокаленного осадка.

Иногда осадок при прокаливании не изменяет своего химического состава, тогда осаждаемая и гравиметрическая формы есть одно и то же соединение.

Для обеспечения необходимой точности результатов анализа как осаждаемая, так и гравиметрическая формы осадка должны соответствовать определенным требованиям.

Осаждаемая форма должна:

- Обладать наименьшей растворимостью (быть практически не растворимой). Опытным путем установлено, что полное осаждение иона может быть достигнуто лишь тогда, когда ПР осадка не превышает $1 \cdot 10^{-8}$.
- Образовывать крупные кристаллы. Это способствует быстрому фильтрованию, так как осадок не забивается в поры фильтра. Крупные кристаллы имеют малую поверхность, слабо адсорбируют примеси из раствора и легко отмываются от них. Мелкокристаллические осадки частично проходят через поры фильтра и трудно отмываются от примесей.
- Легко и полностью превращаться в гравиметрическую форму.

Гравиметрическая форма должна:

- Иметь определенную химическую формулу, по которой вычисляют содержание компонентов в исследуемом образце
- Быть химически устойчивой. Прокаленный осадок в процессе охлаждения и взвешивания не должен поглощать из воздуха водяные пары, углекислый газ, окисляться и восстанавливаться. Для этого часто превращают осадки, обладающие подобными свойствами, в более устойчивую гравиметрическую форму, форму обрабатывая их соответствующими реактивами.

Условия осаждения

Требования, предъявляемые к осадкам, определяют выбор осадителя. Очень важно выбрать такой осадитель, который осаждал бы такой искомый ион, т.е. являлся бы специфическим реактивом на данный ион. Практически невозможно подобрать специфические осадители для всех определяемых ионов. Тогда приходится применять или маскировку ионов, мешающих осаждению, или отделять их из раствора до осаждения.

Во избежания загрязнения осадка посторонними примесями желательно, чтобы осадитель был летучим веществом, так как в этом случае не удаленная часть осадителя улетучивается при промывании или при прокаливании. При выборе осадителя необходимо учитывать, что осадок должен иметь как можно меньшую растворимость. О растворимости осадков для однотипных соединений можно сделать заключение по произведению растворимости. Так как абсолютно не растворимых в воде веществ не существует, то ПР будет всегда больше нуля. Поэтому ни одно осаждение не может быть полным. В гравиметрическом анализе осаждение считается практически полным, когда остающаяся в растворе масса осаждаемого компонента лежит за пределами точности взвешивания, т. е. не превышает 0,0001 г.

Учитывая особенности кристаллических осадков, необходимо создавать условия, сопутствующие получению более крупных кристаллов.

1. Осаждение ведут из горячих разбавленных растворов горячим разбавленным раствором осадителя. В концентрированном растворе образуется больше центров кристаллизации и осадок получается мелкокристаллическим. Нагревание увеличивает растворимость мелких кристаллов, вследствие чего повышается концентрация осаждаемых ионов и осадителя в растворе. За счет этого явления идет увеличение крупных кристаллов, не успевших раствориться при нагревании.

2. Осадитель медленно приливают по каплям. Причем нужно стремиться к тому, чтобы раствор осадителя стекал по внутренней стенке стакана, для избежания разбрызгивания раствора. Раствор перемешивают стеклянной палочкой, следя за тем, чтобы палочка не касалась стенок и дна стакана. Перемешивание способствует росту кристаллов, так как уменьшается число центров кристаллов.

3. Осадок выдерживают несколько часов или суток на так называемое созревание, в ходе которого мелкие кристаллы растворяются за счет этого увеличиваются более крупные.