

9115



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ТЕХНИЧЕСКОГО РЕГУЛИРОВАНИЯ И
МЕТРОЛОГИИ

**ПРАКТИКУМ
ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ
ХИМИИ**

АНАЛИЗ ПРОБНЫХ ПРОДУКТОВ

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА**



Я. И. КОРЕНМАН

**ПРАКТИКУМ
ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ
ХИМИИ**

**АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ
ПРОДУКТОВ**

В 4-Х КНИГАХ



Книга 1

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Книга 2

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Книга 3

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Книга 4

**ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА**



УЧЕБНИКИ И УЧЕБНЫЕ ПОСОБИЯ ДЛЯ СТУДЕНТОВ
ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ



Я. И. КОРЕНМАН

ПРАКТИКУМ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

КНИГА 3

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2-е издание, переработанное и дополненное

Допущено Министерством образования и науки Российской Федерации в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки бакалавров «Технология продуктов питания» и направлениям подготовки дипломированных специалистов «Производство продуктов питания из растительного сырья» и «Технология продовольственных продуктов специального назначения и общественного питания»



МОСКВА «КолосС» 2005

УДК 543.25(075.8)
ББК 36-1я73
К66

Редактор *Л. И. Галицкая*

Рецензенты: зав. кафедрой общей и аналитической химии Московского государственного областного университета докт. хим. наук проф. *Ю. М. Дедков*; кафедра аналитической химии Московского государственного университета пищевых производств (зав. кафедрой докт. техн. наук проф. *С. Е. Траубенберг*)

Коренман Я. И.
К66 Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов. В 4-х книгах. 2-е изд., перераб. и доп. — Книга 3. Электрохимические методы анализа. — М.: КолосС, 2005. — 232 с.: ил. — (Учебники и учебные пособия для студентов высш. учеб. заведений).
ISBN 5-9532-0297-0 (Кн. 3)
ISBN 5-9532-0270-9

В книге 3 практикума в соответствии с Государственными образовательными стандартами и программой курса «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» приводятся 57 лабораторных работ по потенциометрическому, кулонометрическому, кондуктометрическому и амперометрическому методам анализа пищевых продуктов. В конце каждой лабораторной работы даются задания для самостоятельного выполнения и примерная тематика учебно-исследовательских работ студентов (УИРС). Пособие содержит также основные положения техники безопасности при работе в лаборатории электрохимических методов анализа. Большое место отведено программам для тестирования по каждому методу анализа.

Для студентов пищевых специальностей технологических и сельскохозяйственных высших учебных заведений.

УДК 543.25 (075.8)
ББК 36-1я73

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	6
Часть первая	
ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА	9
Лабораторная работа № 1. Определение щелочности мучных кондитерских изделий	9
Лабораторная работа № 2. Определение титруемой кислотности пива	17
Лабораторная работа № 3. Определение кислотности молока и кисломолочных продуктов	19
Лабораторная работа № 4. Определение свободных жирных кислот в мясе	20
Лабораторная работа № 5. Определение кислотности хлеба и хлебобулочных изделий	22
Лабораторная работа № 6. Определение кислот в этаноле	24
Лабораторная работа № 7. Определение сложных эфиров в этаноле	26
Лабораторная работа № 8. Определение белков в молоке	28
Лабораторная работа № 9. Определение общего содержания извести в известковом молоке	29
Лабораторная работа № 10. Определение гидроксида натрия в техническом препарате каустической соды	31
Лабораторная работа № 11. Определение пероксидного числа жира в мясе	34
Лабораторная работа № 12. Определение крахмала в колбасных изделиях	36
Лабораторная работа № 13. Определение мальтозы в пивном сусле	39
Лабораторная работа № 14. Определение глутатиона в солоде	42
Лабораторная работа № 15. Определение дихроматной окисляемости сточной воды	44
Лабораторная работа № 16. Определение кальция в мясе и мясных продуктах	46
Лабораторная работа № 17. Определение хлорида кальция в плавленом продукте	49
Лабораторная работа № 18. Определение нитрат-ионов в молоке	50
Лабораторная работа № 19. Определение магния в молочных продуктах	50
Лабораторная работа № 20. Определение калия в зерне	56
Лабораторная работа № 21. Определение хлороводородной кислоты в водном растворе	56
Лабораторная работа № 22. Измерение pH сиропа и мелассы	59
Лабораторная работа № 23. Определение кислотности ячменя и других зерновых	60

Лабораторная работа № 24. Определение титруемой кислотности пива	62
Лабораторная работа № 25. Определение нитритов и нитратов в мясных продуктах	64
Часть вторая	
КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА	67
Лабораторная работа № 26. Определение кислотности хлебопекарных дрожжей	70
Лабораторная работа № 27. Определение лимонной кислоты в техническом препарате	72
Лабораторная работа № 28. Определение кислотности зерна	74
Лабораторная работа № 29. Определение кислотности пива	76
Лабораторная работа № 30. Определение кислотности молока	78
Лабораторная работа № 31. Определение хлоридов в сточной воде мясокомбината	80
Лабораторная работа № 32. Определение хлорида натрия в мясных продуктах	82
Лабораторная работа № 33. Определение хлорида натрия в сыре	83
Лабораторная работа № 34. Определение аскорбиновой кислоты в фруктовых соках	86
Лабораторная работа № 35. Определение аминного азота в мелассе	87
Часть третья	
КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА	90
Лабораторная работа № 36. Определение фенола в водном растворе	92
Лабораторная работа № 37. Определение янтарной кислоты в растворе	94
Лабораторная работа № 38. Определение аминокислот (глицина, α-аланина, валина, лейцина, серина) в растворе	95
Лабораторная работа № 39. Определение гидроксида натрия и аналита при их совместном присутствии в растворе	97
Лабораторная работа № 40. Определение лимонной кислоты в плодово-ягодном сырье	98
Лабораторная работа № 41. Определение кислотности яичного порошка	100
Лабораторная работа № 42. Определение диоксида серы в мелассе	102
Лабораторная работа № 43. Определение активного хлора в дезинфицирующем средстве	104
Лабораторная работа № 44. Определение кальция в мелассе	106
Лабораторная работа № 45. Определение общей жесткости воды	107
Лабораторная работа № 46. Определение хлорида натрия в ферментном препарате	109
Лабораторная работа № 47. Определение серной кислоты в растворе	110
Лабораторная работа № 48. Определение золы в сахаре и мелассе	112
Часть четвертая	
АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА	115
Лабораторная работа № 49. Определение амилозы в крахмале	119
Лабораторная работа № 50. Определение аскорбиновой кислоты в напитках и соках	122
Лабораторная работа № 51. Определение ацетона в уксусной кислоте	124

Лабораторная работа № 52. Определение меди в сточной воде	126
Лабораторная работа № 53. Определение редуцирующих сахаров в вине	128
Лабораторная работа № 54. Определение меди в вине	131
Лабораторная работа № 55. Определение свободных сульфид-рильных групп белка	135
Лабораторная работа № 56. Определение сульфгидрильных групп в тесте	137
Лабораторная работа № 57. Определение сульфгидрильных групп в мясе	

Часть пятая

ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА	140
---	-----

Часть шестая

ПРОГРАММЫ ДЛЯ ТЕСТИРОВАНИЯ	144
I. Потенциометрический метод анализа	144
II. Кулонометрический метод анализа	165
III. Ковдуктометрический метод анализа	183
IV. Амперометрический метод анализа	204

Список рекомендуемой литературы

ПРЕДИСЛОВИЕ



Предлагаемое учебное пособие является вторым изданием книги «Практикум по аналитической химии. Электрохимические методы анализа» (1992 г.), переработанным и дополненным в соответствии с Государственными образовательными стандартами и программой курса «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа», предназначенным для студентов технологических (пищевые специальности) и сельскохозяйственных (переработка сельскохозяйственной продукции) высших учебных заведений. В пособии приведено описание 57 лабораторных работ по анализу пищевых продуктов методами, основанными на измерении электродного потенциала (потенциометрический метод), явлении электролиза и измерении количества электричества при электрохимическом окислении или восстановлении (кулонометрический метод), измерении электрической проводимости (кондуктометрический метод) или диффузионного тока между электродами при титровании (амперометрический метод).

Пособие следует рассматривать как опыт постановки практикума по электрохимическим методам с использованием объектов анализа, связанных с определенной моделью подготавливаемых специалистов. В отличие от неспециализированных учебных пособий в нем приводятся лабораторные работы по анализу пищевых продуктов — зерна и хлеба, молока и молочных продуктов, мяса и мясных продуктов, продуктов сахарного и кондитерского производств, соков, алкогольных напитков и других. Широкий набор объектов анализа рассчитан на студентов разных пищевых специальностей.

В некоторых лабораторных работах объектами анализа являются сточные и питьевая воды, в которых определяют, например, дихроматную окисляемость, хлориды, медь, а также общую жесткость. Выполнение этих работ способствует развитию практических навыков, необходимых будущему инженеру-технологу пищевой промышленности.

С целью индивидуализации учебного процесса студентам могут быть предложены различные объекты анализа при изучении того или иного метода, поэтому каждый раздел пособия содержит достаточное число работ.

Лабораторные работы, требующие длительного времени для предварительной подготовки пробы, в пособии не приводятся, поскольку они не могут быть выполнены в течение одного занятия. По понятным причинам в пособии отсутствуют также работы, для выполнения которых необходимы большие объемы вреднодействующих, пожароопасных и дорогостоящих реактивов.

В основном объекты анализа представляют собой органические вещества, что отличает данное пособие от других.

Каждый раздел пособия содержит краткое введение (теория метода, его возможности, устройство прибора, основные расчетные формулы). При описании всех лабораторных работ автор придерживался единой схемы: краткое обоснование, перечень необходимых реактивов, посуды и оборудования, ход выполнения анализа, вычисление результатов.

Развитию навыков творческой работы должны способствовать задания для самостоятельной подготовки. Этот материал студент должен проработать до выполнения лабораторных работ соответствующего раздела практикума. Круг рекомендуемых заданий трудно расширить и привести в соответствие с общим уровнем подготовки академической группы. Письменные ответы на приведенные вопросы и решения задач могут служить допуском к выполнению лабораторной работы.

После каждой лабораторной работы приводится список тем учебно-исследовательских работ студентов (УИРС). Автор рекомендует темы в соответствии с методиками приведенных электрохимических определений. Некоторые темы УИРС имеют комплексный характер, поэтому следует планировать их выполнение несколькими студентами. Достаточно большое количество приводимых в пособии лабораторных работ по каждому электрохимическому методу анализа позволяет осуществлять системный подход к УИРС, т. е. дает возможность всем студентам группы работать по индивидуальным планам. Рекомендуемая тематика УИРС является ориентировочной и может быть расширена и скорректирована в соответствии с научным и методическим направлениями кафедры, а также с ее материально-технической базой.

Сведения по статистической обработке экспериментальных данных, необходимые студентам при оформлении отчетов по выполненным лабораторным работам, подробно изложены в книге 1 «Титриметрические методы анализа» и в книге 2 «Оптические методы анализа».

В пособии приведены основные правила техники безопасности при работе в лаборатории электрохимических методов анализа и меры оказания первой помощи пострадавшим.

Интенсификация учебного процесса, сокращение времени на проверку усвоения отдельных разделов практикума достигаются применением тестовых программ. В пособии приведены комплекты таких программ по всем четырем электрохимическим методам

анализа. Каждая программа включает пять вопросов и по четыре ответа на каждый вопрос, один из ответов является полным и правильным. Программы применимы как для проведения фронтального экспресс-контроля и коллоквиумов, так и для самостоятельной подготовки студентов к выполнению лабораторных работ (допуск к практикуму).

Все единицы измерения величин приводятся в соответствии с Международной системой единиц (СИ).

Рекомендуемые в пособии методики анализа апробированы в лабораторном практикуме студентами пищевых специальностей Воронежской государственной технологической академии. Программы для тестирования положительно зарекомендовали себя в учебном процессе кафедры аналитической химии ВГТА.

Автор выражает искреннюю признательность доцентам П. Т. Суханову и Н. Н. Сельманщук, аспиранту Д. А. Кудинову, инженерам Я. В. Абасовой и В. Н. Фокину за помощь при подготовке рукописи. Все отзывы и критические замечания по практикуму будут приняты автором с благодарностью.

Часть первая

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Потенциометрический метод основан на измерении электродного потенциала, величина которого обусловлена концентрацией (точнее, активностью) потенциалопределяющего компонента раствора.

Электродный потенциал (E , В) вычисляют по уравнению Нернста:

$$E = E^\circ + \frac{RT}{nF} \ln a,$$

где E° — стандартный потенциал, В; R — универсальная газовая постоянная (8,313 Дж); T — абсолютная температура, К; F — число Фарадея (96 490 Кл); n — заряд потенциалопределяющего иона, a — его активность.

В уравнение (1) вводят значения величин R и T (298К), учитывают коэффициент перехода от натуральных логарифмов к десятичным (2,3026) и получают уравнение

$$E = E^\circ + \frac{0,058}{n} \lg a. \quad (2)$$

Активность ионов a связана с концентрацией c соотношением $a = fc$, где f — коэффициент активности. В разбавленных растворах коэффициент активности близок к единице, для бесконечно разбавленных растворов уравнение Нернста имеет вид

$$E = E^\circ + \frac{0,058}{n} \lg c. \quad (3)$$

Потенциометрический метод анализа подразделяется на прямую потенциометрию (ионометрия) и потенциометрическое титрование. Прямая потенциометрия основана на измерении потенциала индикаторного электрода и расчете концентрации определяемых ионов по уравнению Нернста. В основе потенциометрического титрования находится резкое изменение потенциала индикаторного электрода в точке стехиометричности.

В практике лабораторий пищевых предприятий для анализа сырья, полуфабрикатов, готовой продукции, а также сточных вод широко применяется потенциометрическое титрование.

АППАРАТУРА

pH-метр-милливольтметр рН-340 — лабораторный прибор, предназначенный для измерения рН, рNa и редокс-потенциалов (рис. 1).

Все рукоятки управления прибором рН-340 выведены на наклонную лицевую панель, на которой установлено показывающее устройство 1, его шкала градуирована в единицах рН и милливольттах.

В левой нижней части лицевой панели имеются рукоятки настройки по буферному раствору «Е_и» (2), регулировки крутизны шкалы «S» (3). Рукоятки «Е_и» и «S» закрыты колпачками, предупреждающими случайные изменения настройки при работе. Рукоятка 4 предназначена для включения прибора в сеть, переключатель 5 — для изменения размаха шкалы. Индикаторная лампа 6 сигнализирует о включении прибора. Ручная компенсация характеристик прибора при изменении температуры анализируемого раствора осуществляется рукояткой 7. Рукоятка 8 предназначена для переключения пределов измерений, рукоятка 9 — для переключения рода работ.

На задней стенке рН-метр-милливольтметра рН-340 расположены элементы для подключения блока автоматического титрования, регистрирующего прибора и термокомпенсатора, а также предохранитель и сетевой шнур.

Подготовка прибора рН-340 к работе заключается в следующем.

1. Включают прибор в сеть (напряжение 220 В) с помощью сетевого шнура.

2. Устанавливают компенсатор температуры 7 на соответствующее значение для анализируемого раствора.

3. Включают прибор рукояткой 4 и дают ему прогреться, при включении прибора загорается индикаторная лампа 6.

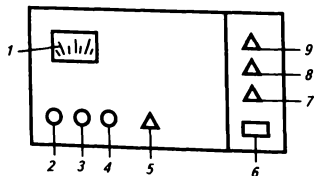


Рис. 1. Передняя панель рН-метра-милливольтметра рН-340:

1 — показывающее устройство; 2 — рукоятка настройки по буферному раствору «Е_и»; 3 — рукоятка регулировки крутизны шкалы «S»; 4 — рукоятка включения прибора в сеть; 5 — переключатель размаха шкалы; 6 — индикаторная лампа; 7 — ручная компенсация; 8 — переключатель пределов измерения; 9 — переключатель рода работ

4. Проверяют и настраивают прибор по буферным растворам. Порядок настройки прибора:

- а) подключают электроды к рН-метру;
 - б) в ячейку помещают один из буферных растворов (например, с рН 4,01) и погружают в него электроды;
 - в) включают прибор, настроив его на соответствующий предел измерений переключателем 8 «Предел измерения»;
 - г) устанавливают рукояткой 2 «Настройка по буферному раствору» стрелку прибора на необходимое значение рН (4,00).
- Показания прибора контролируют измерением рН двух-трех других буферных растворов.

5. При использовании в качестве индикаторного платинового электрода проверяют его потенциал. Для этого:

а) помещают электроды в раствор, содержащий 3,8018 г $K_4[Fe(CN)_6]$ и 13,5001 г $K_3[Fe(CN)_6]$ в 1 дм³ дистиллированной воды;

б) переключатель пределов измерения устанавливают на требуемый диапазон;

в) переводят рукоятку переключателя 9 «Род работ» в положение «мВ» и отсчитывают показания прибора. При установке переключателя размаха шкалы в положение «15 рН» отсчитывают показания по нижней шкале прибора (от 1 до 14 единиц), при установке переключателя в положение «3 рН» отсчет проводят по верхней шкале.

По отношению к хлоридсеребряному электроду потенциал платинового электрода равен (272 ± 3) мВ при $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$.

Универсальный иономер ЭВ-74 предназначен для измерения рН (рХ), редокс-потенциалов, а также проведения потенциометрического титрования. Передняя панель универсального иономера ЭВ-74 представлена на рис. 2.

Подготовка прибора ЭВ-74 к работе заключается в следующем.

1. В зависимости от вида измерений выбирают необходимые электроды. Переключатель 2 ставят в положение «/», переключатель 5 — в положение «1 + 19», включают прибор тумблером 3 в сеть и прогревают 30 мин (при этом загорается индикаторная лампа 4).

2. Выбирают вид температурной компенсации: ручная термокомпенсация используется при постоянной температуре раствора, автоматическая — при изменяющейся температуре. Устанавливают требуемый температурный режим переключателем «Термокомпенсатор», расположенным на задней стенке прибора.

3. При ручной термокомпенсации устанавливают температуру раствора с точностью до $0,5^\circ\text{C}$. Для этого нажимают кнопку одного из диапазонов измерений 5 (кроме «1 + 19»), затем кнопку «/», рукояткой 6 «Температура раствора» устанавливают стрелку показывающего устройства 1 на значение, соответствующее измеренной температуре раствора.

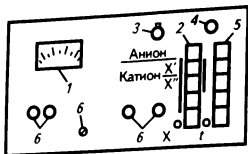


Рис. 2. Передняя панель универсального иономера ЭВ-74:

1 — показывающее устройство; 2 — кнопки выбора рода работ; 3 — тумблер включения в сеть; 4 — индикаторная лампа; 5 — кнопки включения диапазона измерений; 6 — рукоятка оперативного управления прибором

Измерение редокс-потенциала заключается в следующем.

1. Погружают электроды в электролитическую ячейку с раствором.

2. Нажимают кнопки «мВ» и выбранного диапазона измерений 5.

3. Нажимают или отжимают кнопку «Анион/Катион» в зависимости от знаков (положительные или отрицательные) измеряемых потенциалов.

4. После установления показаний записывают значение потенциала или рХ по верхней шкале прибора и умножают его на 100.

Настройка иономера и измерение рХ. Перед измерением рХ иономер настраивают на данную электродную схему по контрольным растворам с известными значениями рХ.

Для измерения рХ:

1) погружают электроды в раствор;

2) нажимают на переключателе 2 кнопку «рХ»; кнопку «Анион/Катион» нажимают (при измерении рХ катиона) или отжимают (при измерении рХ аниона);

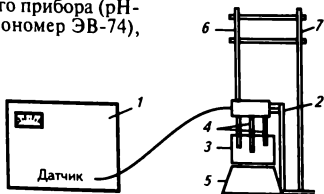
3) нажимают на переключателе 5 кнопку «1 + 19» и по шкале показывающего устройства 1 находят ориентировочное значение рХ. В соответствии с ним нажимают одну из кнопок «Узкого диапазона» переключателя 5 и записывают уточненное значение рХ по верхней шкале (начало шкалы соответствует началу выбранного диапазона рХ);

4) после окончания измерений нажимают кнопку «т», электроды для измерения рН погружают в воду, электроды для измерения рХ — в раствор соответствующей соли.

Установка для потенциометрического титрования состоит из измерительного прибора (рН-метр рН-340, универсальный иономер ЭВ-74),

Рис. 3. Установка для потенциометрического титрования:

1 — рН-метр; 2 — датчик; 3 — электролитическая ячейка; 4 — электроды; 5 — магнитная мешалка; 6 — бюретка; 7 — штатив



электролитической ячейки, датчика, магнитной мешалки, бюретки, закрепленной в штативе. Схема установки для потенциометрического титрования приведена на рис. 3.

Порядок работы на установке для потенциометрического титрования следующий.

1. Включают подготовленный к работе рН-метр в сеть и прогревают в течение 30 мин.
2. Промывают электроды дистиллированной водой, остатки влаги удаляют фильтровальной бумагой.
3. Помещают анализируемый раствор в электролитическую ячейку, погружают электроды, включают магнитную мешалку.
4. Заполняют бюретку титрантом и титруют.
5. Измеряют рН на приборе как функцию объема добавляемого титранта.

Титруют две пробы анализируемого раствора: одну — для получения приближенных результатов, другую — для получения точных результатов. В первом варианте титрант добавляют отдельными порциями объемом 1 см^3 до резкого изменения показаний прибора (например, рН). Данные записывают в таблицу:

Объем титранта $V, \text{ см}^3$	Показания прибора (рН)

Для точного титрования сразу добавляют $(V-1) \text{ см}^3$ титранта, затем вводят титрант порциями по $0,1 \text{ см}^3$. Данные записывают в таблицу:

Объем титранта $V, \text{ см}^3$	$\Delta V, \text{ см}^3$	рН	$\Delta \text{рН}$	$\frac{\Delta \text{рН}}{\Delta V}$

Здесь ΔV — разность объемов добавляемого титранта, $\Delta \text{рН}$ — разность значений рН между отдельными измерениями. Титруют до достижения максимального значения $\Delta \text{рН}/\Delta V$. По полученным данным строят графики в координатах $\text{рН} - V$ и $\frac{\Delta \text{рН}}{\Delta V} - V$, по которым находят объем титранта в точке стехиометричности.

6. После окончания работы прибор отключают от сети, электроды промывают и погружают в стакан с дистиллированной водой.

ВЫБОР ЭЛЕКТРОДОВ

Применяемый в потенциометрических определениях гальванический элемент снабжен двумя электродами, которые погружают в один раствор (гальванический элемент без переноса) или в два различных по составу раствора, соединенных жидкостным контактом (цепь с переносом).

Электроды представляют собой металлические пластинки или проволоки, которые при погружении в раствор определенного состава в результате происходящего на поверхности электрохимического процесса и образования двойного электрического слоя приобретают более или менее устойчивый потенциал.

В зависимости от характера электрохимической реакции, протекающей на поверхности раздела металл—раствор, различают электроды первого и второго рода. К электродам первого рода относятся металлы, потенциалы которых обратимы относительно одноименных ионов, например Ag-электрод в растворе, содержащем ионы Ag^+ . Потенциалы электродов второго рода обратимы относительно анионов, образующих с катионами металла электрода малорастворимый осадок, например Ag-электрод в насыщенном растворе AgCl в присутствии ионов Cl^- .

По назначению электроды делятся на электроды сравнения и индикаторные. Потенциал индикаторного электрода зависит от активности (концентрации) определяемых ионов в растворе. Для измерения потенциала индикаторного электрода в раствор погружают второй электрод, потенциал которого не зависит от концентрации определяемых ионов (электрод сравнения).

В потенциометрическом методе анализа применяются индикаторные электроды двух видов:

1) электроды, на межфазных границах которых протекают реакции, сопровождающиеся переходом электронов (электронообменные электроды);

2) электроды, на межфазных границах которых протекают ионообменные реакции (мембранные или ионоселективные электроды).

Ионоселективные электроды подразделяются на пять групп: 1) стеклянные; 2) твердые с гомогенной или гетерогенной мембраной; 3) жидкостные; 4) газовые; 5) для измерения активности (концентрации) биологических сред.

Для получения точных результатов при потенциометрическом титровании индикаторный электрод выбирают более тщательно, чем электрод сравнения, учитывая особенности анализируемого раствора.

При титровании по кислотно-основному методу часто применяются электроды в виде платинированной или гладкой платиновой пластинки, погруженные в электролитическую ячейку и непрерывно насыщаемые чистым водородом. Для титрования в кис-

тых средах применяется хингидронный электрод — платиновая проволока в насыщенном растворе хингидрона.

При титровании по кислотно-основному методу используется также стеклянный электрод для анализа растворов в присутствии окислителей и восстановителей. Действие стеклянного электрода основано на том, что на границе двух фаз (тонкая стеклянная пленка и водный раствор с определенной концентрацией водородных ионов) возникает разность потенциалов, обусловленная диффузией ионов водорода в стекло. Разность потенциалов пропорциональна концентрации водородных ионов.

Для титрования по методам осаждения и комплексообразования в качестве индикаторных электродов применяются металлические (серебряные, ртутные, медные), а также неметаллические (например, иодный) электроды. Металлический электрод обычно представляет собой платиновую сетку, электролитически покрытую металлом.

Для потенциометрического титрования по редоксиметрическому методу чаще всего применяются гладкий платиновый электрод в виде проволоки, пластинки или сетки, а также электроды из других индифферентных материалов (например, из палладия, золота).

В качестве электрода сравнения, как правило, применяется хлоридсеребряный электрод — платиновая проволока, электролитически покрытая серебром и затем слоем хлорида серебра. Для постоянства потенциала при титровании электрод сравнения соединяют с анализируемым раствором жидкостным мостиком, заполненным раствором KCl или KNO₃, либо через агар-агаровый мостик. Этим устраняется диффузия одного раствора в другой и изменение концентрации раствора.

В табл. 1 приведены краткая характеристика, способы приготовления и области применения некоторых электродов.

Таблица 1. Краткая характеристика электродов

Электрод	Потенциал, В	Приготовление	Область применения
<i>Индикаторные электроды</i>			
Водородный стеклянный	-0,058 рН	Платина, насыщенная водородом	Кислотно-основные взаимодействия; рН 1 + 13
	Зависит от способа изготовления электрода	Тонкостенная пленка из стекла, платиновый электрод в растворе HCl	Кислотно-основные взаимодействия; рН 2,5 + 10
Платиновый	То же	Платиновая проволока, сетка или пластинка	Редокс-реакции
Хингидронный	$0,70 + 0,058 \lg [H^+]$	Платиновая проволока в насыщенном растворе хингидрона	Кислотно-основные взаимодействия; рН 0 + 8

Электрод	Потенциал, В	Приготовление	Область применения
Серебряный	Зависит от способа изготовления электрода	Посеребренная платиновая пластинка или сетка	Реакции осаждения и комплексообразования
Иодный	$0,53 + 0,058 \lg \frac{[I_2]}{[I^-]^2}$	Платиновая сетка в воде, насыщенной иодом	То же

Электроды сравнения

Хлоридсеребряный	0,22; 1 моль/дм ³ раствор HCl	Серебряная проволока, покрытая хлоридом серебра в 0,1 моль/дм ³ растворе KCl	Кислотно-основные взаимодействия, реакции осаждения и комплексообразования
Каломельный	0,28; 1 моль/дм ³ раствор HCl	Ртутный электрод в растворе хлорида калия в присутствии каломели	Кислотно-основные взаимодействия, реакции осаждения и комплексообразования, редокс-реакции
Серноокислый ртутный	0,62; 0,5 моль/дм ³ раствор H ₂ SO ₄	Ртутный электрод в 0,5 моль/дм ³ растворе серной кислоты в присутствии Hg ₂ SO ₄	То же

УСТАНОВЛЕНИЕ ТОЧКИ СТЕХИОМЕТРИЧНОСТИ

Точка стехиометричности (т. с.) соответствует перегибу на кривой потенциометрического титрования. Для нахождения этой точки проводят две параллельные касательные к интегральной кривой в координатах рН — V (рис. 4, а). Затем через вертикальный участок графика проводят третью (вертикальную) прямую и отрезок *ab* делят пополам. Полученная точка *c* приблизительно соответствует перегибу и, следовательно, точке стехиометричности.

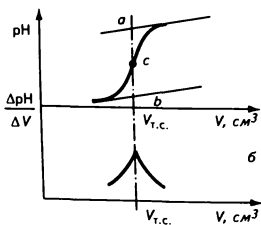


Рис. 4. Кривые потенциометрического титрования:

a — интегральная кривая; *b* — дифференциальная кривая

Для более точного установления точки стехиометричности строят дифференциальную кривую в координатах $\frac{\Delta pH}{\Delta V} - V$ (рис. 4, б).

Из точки максимума проводят перпендикуляр на ось абсцисс и получают объем титранта в точке стехиометричности. Эту точку

можно найти также по известному значению рН. Так, при титровании сильных электролитов точка стехиометричности соответствует рН 7. При титровании слабой кислоты (например, уксусной) точка стехиометричности отвечает рН 8,90; соответствующий объем титранта находят по кривой потенциометрического титрования на основании значения рН в точке стехиометричности.

Лабораторная работа №1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЩЕЛОЧНОСТИ МУЧНЫХ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ

Определение основано на потенциометрическом титровании щелочей, содержащихся в полученном из мучных кондитерских изделий водном экстракте. Это пример титрования по кислотно-основному методу.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Хлороводородная кислота, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Конические колбы вместимостью 250 и 500 см³ — по 1 шт.
4. Мерный цилиндр вместимостью 250 см³.
5. Пипетка Мора вместимостью 50 см³.
6. Воронка диаметром 5—8 см.
7. Фильтр (вата).
8. Таймер.
9. Технические весы.
10. Установка для потенциометрического титрования.
11. Стекланный индикаторный электрод.
12. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
13. Анализируемое кондитерское изделие (печенье, вафли).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу тонкоизмельченного продукта ($25 \pm 0,01$) г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 250 см³ дистиллированной воды, перемешивают, закрывают колбу пробкой и оставляют на 30 мин, перемешивают через каждые 10 мин. Затем содержимое колбы фильтруют через вату в сухую коническую колбу вместимостью 250 см³. Фильтрат (50 см³) переносят в электролитическую ячейку, помещают в установку для потенциометрического титрования, погружают в раствор электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором НСl до достижения скачка и последующего незначительного ~~изменения~~ изменения.

По данным титрования строят графики в координатах $\text{pH} - V$ и $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V} - V$. Находят объем титранта V в точке стехиометричности. Щелочность анализируемого изделия (X , град) вычисляют по формуле

$$X = \frac{10V}{m}, \quad (4)$$

где V — объем раствора HCl , израсходованный на титрование, см^3 ; m — масса пробы анализируемого продукта, г.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Обосновать выбор индикаторного электрода и электрода сравнения.
2. Какую величину находят по кривой титрования в координатах $\text{pH} - V$ (V — объем титранта)?
3. Провести сравнительную характеристику прямого и косвенного потенциометрического определения концентрации анализируемого раствора.
4. В каком интервале pH применяется стеклянный электрод?
5. Объяснить устройство хлоридсеребряного электрода.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Исследовать влияние температуры на потенциометрическое определение щелочности мучных изделий.
2. Сравнить статистически обработанные результаты потенциометрического определения щелочности кондитерских изделий с результатами, полученными при индикаторном титровании.
3. Разработать методику прямого потенциометрического определения щелочности печенья с применением градуировочного графика.
4. Установить щелочность муки в зависимости от региона произрастания зерновых и условий внесения удобрений.
5. Определить и сопоставить щелочность муки высшего, первого и второго сортов.
6. Определить и сопоставить щелочность ржаной, пшеничной, ячменной и овсяной муки.
7. Разработать методику ускоренного определения щелочности муки.

Лабораторная работа №2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИТРУЕМОЙ КИСЛОТНОСТИ ПИВА

Кислотность пива, обусловленную присутствием органических кислот и кислых солей (фосфаты, карбонаты), определяют методом потенциометрического титрования с применением в качестве титранта раствора сильного основания.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Пипетка вместимостью 20 см³.
4. Установка для потенциометрического титрования.
5. Стекланный индикаторный электрод.
6. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
7. Анализируемое пиво.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В электролитическую ячейку отбирают 20 см³ предварительно освобожденного от диоксида углерода пива. Погружают электроды, включают мешалку и, наблюдая за шкалой прибора, титруют пиво раствором NaOH до достижения скачка и последующего незначительного изменения рН. По полученным данным строят кривые титрования в координатах рН — V и $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V}$ — V. По графикам находят точку стехиометричности и объем раствора NaOH, израсходованный на титрование.

Кислотность пива (K, см³ 1 моль/дм³ раствора NaOH/100 см³ пива) рассчитывают по формуле

$$K = \frac{1 \cdot 100}{10 \cdot 20} V = 0,5V, \quad (5)$$

где V — объем раствора NaOH, израсходованный на титрование пива, см³; 1/10 — коэффициент пересчета концентрации NaOH; 20 — анализируемый объем пива, см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить преимущества метода потенциометрического титрования при определении кислотности пива по сравнению с титрованием в присутствии индикатора.

2. На титрование 100 см³ пива расходуют 12,55 см³ 0,075 моль/дм³ раствора NaOH. Рассчитать массу (г) органических кислот в пиве.

3. Оценить возможность потенциметрического определения кислотности темных сортов пива.
4. Объяснить устройство мембранных ионоселективных электродов.
5. Указать координаты кривых потенциметрического титрования.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику потенциметрического определения кислотности пива с построением градуировочного графика методом добавок.
2. Для определения кислотности пива построить кривую титрования по второй производной, сравнить результаты с полученными в данной лабораторной работе.
3. Определить кислотность пива с применением в качестве стандартного электрода насыщенного элемента Вестона.
4. Определить и сопоставить кислотность разных сортов светлого и темного пива.
5. Исследовать зависимость кислотности пива от продолжительности и условий хранения напитка.
6. Разработать методику определения кислотности пива с применением автоматической установки потенциметрического титрования.

Лабораторная работа № 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ МОЛОКА И КИСЛОМОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

Методика основана на потенциметрическом титровании кислых солей, содержащихся в молоке и кисломолочных продуктах.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см^3 .
3. Мерный цилиндр вместимостью 25 см^3
4. Пипетка вместимостью 10 см^3 .
5. Установка для потенциметрического титрования.
6. Стекланный индикаторный электрод.
7. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
8. Анализируемый кисломолочный продукт (молоко, кефир, простокваша, ряженка, сливки, йогурт).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В электролитическую ячейку пипеткой отбирают 10 см^3 анализируемого продукта, прибавляют 20 см^3 дистиллированной воды, погружают электроды, включают мешалку и титруют раствором NaOH до получения скачка и последующего незначительного изменения pH. По данным титрования строят графики в координатах $\text{pH} - V$ и $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V} - V$. По кривым титрования находят объем титранта в точке стехиометричности.

Кислотность молока (К, градусы Тернера) рассчитывают по формуле

$$K = 10V, \quad (6)$$

где V — объем раствора NaOH, израсходованный на титрование кислых солей, содержащихся в молоке и кисломолочных продуктах, см^3 ; 10 — коэффициент пересчета, учитывающий объем титранта при анализе 100 см^3 анализируемого продукта.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Оценить возможность потенциметрического титрования органических кислот слабыми основаниями.
2. Перечислить электроды сравнения и объяснить их устройство.
3. Указать единицы измерения кислотности молочных продуктов.
4. Как устанавливают величину стандартного потенциала?
5. Составить уравнение Нернста для платинового электрода.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Провести не менее 10 определений кислотности молока или кисломолочного продукта, статистически обработать полученные результаты.
2. Исследовать влияние объема анализируемой пробы на результаты титрования.
3. Разработать методику определения кислотности молока с применением некомпенсационного потенциметрического титрования.
4. Исследовать кислотность молока при длительном хранении и различных температурах (25, 10, 2 °C).
5. Разработать методику определения кислотности молока методом прямой потенциометрии.
6. Определить и сопоставить кислотность различных молочных продуктов (молоко, кефир, ряженка, варенец, йогурт, сливки, сметана).

Лабораторная работа №4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНЫХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ В МЯСЕ

Кислотное число характеризует полноту гидролитического распада жиров и соответствует массе (мг) гидроксида калия, необходимой для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира.

Методика основана на титровании свободных жирных кислот в спиртово-эфирном экстракте из жира раствором КОН.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид калия, 0,1 и 0,01 моль/дм³ растворы.
2. Хлороформ, ч. д. а.
3. Сульфат натрия безводный, ч. д. а.
4. Нейтральная спиртово-эфирная смесь: смешивают 1 ч. хлороформа с 2 ч. этанола, добавляют фенолфталеин и нейтрализуют 0,1 моль/дм³ раствором гидроксида калия до слаборозового окрашивания.
5. Фенолфталеин, этанольный раствор с концентрацией 1% (мас.): 1 г фенолфталеина растворяют в 40 см³ этанола с содержанием C₂H₅OH 95% (мас.) и добавляют 30 см³ дистиллированной воды.
6. Бюретка вместимостью 25 см³.
7. Коническая колба вместимостью 250 — 300 см³ с пришлифованной пробкой.
8. Химический стакан вместимостью 100 см³.
9. Пипетки Мора вместимостью 10 и 20 см³ — по 1 шт.
10. Воронка диаметром 5 — 8 см.
11. Фарфоровая чашка диаметром 8 см.
12. Фильтр (вата).
13. Сушильный шкаф с терморегулятором.
14. Водяная баня.
15. Вибросмеситель.
16. Аналитические весы.
17. Технические весы.
18. Установка для потенциометрического титрования.
19. Стекланный индикаторный электрод.
20. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
21. Анализируемое мясо.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу измельченного мяса ($5 \pm 0,01$) г помещают в коническую колбу, обрабатывают сульфатом натрия в объемном соотношении 1 : 2, затем хлороформом в объемном соотношении 1 : 3. Колбу по-

мешают на вибросмеситель и экстрагируют 15 мин, экстракт фильтруют. В фильтрате определяют содержание жира, затем устанавливают кислотное число.

Для определения жира 10 см³ фильтрата переносят в предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную на аналитических весах фарфоровую чашку, помещают ее на кипящую баню для удаления хлороформа (примерно на 10 мин). Чашку с жиром сушат в сушильном шкафу при 100–105 °С, охлаждают и взвешивают до постоянной массы.

Для нахождения кислотного числа 10 см³ фильтрата переносят в химический стакан и помещают в сушильный шкаф (100–105 °С) для удаления хлороформа. К оставшемуся жиру добавляют 20 см³ нейтральной спиртово-эфирной смеси и перемешивают. Раствор переносят в электролитическую ячейку, погружают в него электроды и титруют 0,01 моль/дм³ раствором гидроксида калия, титрант добавляют порциями объемом 0,1 см³. После введения каждой порции титранта показаниям прибора дают установиться и записывают результаты измерения рН.

По полученным данным строят кривые титрования в координатах рН — V и $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V} - V$. По графикам находят объем раствора КОН, израсходованный на титрование свободных жирных кислот. Кислотное число (X, мг КОН) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{0,40V}{m},$$

где 0,40 — содержание КОН в 1 см³ 0,01 моль/дм³ раствора, мг; V — объем 0,01 моль/дм³ раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование, см³; m — масса жира в фильтрате, г.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить значение кислотного числа для характеристики качества мясных продуктов.

2. Кислотность маргарина составляет 130 мг КОН на 100 г продукта. Вычислить объем (см³) 0,0250 моль/дм³ раствора КОН, затраченный на титрование 2 г маргарина.

3. Объяснить установление точки стехиометричности по кривой потенциометрического титрования в координатах $\frac{\Delta^2 E}{\Delta V^2} - V$

(V — объем титранта).

4. Перечислить преимущества ионоселективных электродов.

5. Указать пару электродов (индикаторного и сравнения), применяемых при осадительном потенциометрическом титровании.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Исследовать влияние кальция на определение свободных жирных кислот в мясе.
2. Изучить влияние рН раствора на определение свободных жирных кислот потенциометрическим методом.
3. Разработать методику определения свободных жирных кислот в мясных продуктах методом Грана с построением градуировочного графика в координатах $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V$
4. Определить и сопоставить содержание жирных кислот в мясе птицы и крупного рогатого скота.
5. Исследовать содержание жирных кислот в мясе в зависимости от продолжительности хранения продукта в холодильнике.
6. Разработать методику определения жирных кислот в мясе методом добавок.

Лабораторная работа №5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ХЛЕБА И ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ ИЗДЕЛИЙ

Методика основана на потенциометрическом определении кислотности хлеба и хлебобулочных изделий при титровании раствором сильного основания.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Химический стакан вместимостью 300 — 400 см³.
4. Мерный цилиндр вместимостью 200 — 250 см³.
5. Коническая колба вместимостью 500 см³ с пробкой.
6. Пипетки Мора вместимостью 20 и 50 см³ — по 1 шт.
7. Сито или марля.
8. Стеклопалочка с резиновым наконечником.
9. Таймер.
10. Технические весы.
11. Установка для потенциометрического титрования.
12. Стеклоиндикаторный электрод.
13. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
14. Анализируемый продукт.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Взвешивают ($25 \pm 0,01$) г мякиша анализируемого продукта, переносят в сухую коническую колбу, добавляют 50 см³ дистилли-

рованной воды и растирают стеклянной палочкой до однородной массы. К полученной смеси приливают 200 см³ воды, колбу закрывают пробкой, встряхивают 2 мин и выдерживают при комнатной температуре 10 мин. Затем смесь интенсивно перемешивают в течение 2 мин и выдерживают 8 мин. Отстоявшийся жидкий слой сливают через сито или марлю в сухой химический стакан. Из стакана отбирают пипеткой в электролитическую ячейку 20 см³ раствора, погружают в него электроды, включают магнитную мешалку и проводят ориентировочное титрование, прибавляя раствор титранта порциями объемом 1 см³. По резкому отклонению стрелки на шкале рН-метра устанавливают скачок рН. Затем проводят точное титрование в тех же условиях, прибавляя титрант вблизи конечных точек скачка по одной капле.

По данным титрования строят графики в координатах рН – V и $\frac{\Delta pH}{\Delta V} - V$; находят объем титранта в точке стехиометричности.

Кислотность анализируемого продукта (K, град) вычисляют по формуле

$$K = \frac{1 \cdot 4 \cdot 25 \cdot 20V}{10 \cdot 250} = \frac{4}{5}V, \quad (8)$$

где V — объем раствора NaOH, израсходованный на титрование, см³; 1/10 — коэффициент пересчета концентрации раствора NaOH; 4 — коэффициент пересчета на 100 г пробы; 25 — масса пробы анализируемого продукта, г; 250 — объем воды, взятый для извлечения кислот, см³; 20 — объем раствора, взятый для титрования, см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить значение метода потенциометрического титрования в анализе пищевых продуктов.
2. Объяснить устройство ионоселективных электродов. Привести примеры.
3. На чем основано потенциометрическое титрование двух органических кислот при совместном их присутствии?
4. Указать электрод, для которого уравнение Нернста имеет вид $E = E_{Ag/Ag^+} + 0,058 \lg [Ag^+]$.
5. Перечислить основные блоки установки для потенциометрического титрования и указать их назначение.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Сопоставить результаты определения кислотности хлеба, полученные методами потенциометрического и индикаторного титрования.

2. Исследовать влияние хлорида натрия на потенциометрическое определение кислотности хлеба.

3. Сопоставить результаты определения кислотности хлеба с применением каломельного и хлоридсеребряного электродов сравнения.

4. Определить и сравнить кислотность разных сортов хлеба и хлебулочных изделий.

5. Исследовать влияние различных пищевых добавок на кислотность хлеба.

6. Разработать упрощенную методику определения кислотности хлеба методом прямой потенциометрии.

Лабораторная работа № 6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТ В ЭТАНОЛЕ

Методика основана на определении кислот, содержащихся в этаноле, методом потенциометрического титрования с применением раствора гидроксида натрия в качестве титранта.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Микробюретка вместимостью 5 см³.
3. Коническая колба вместимостью 500 см³.
4. Мерный цилиндр вместимостью 100 см³.
5. Трубка с натронной известью.
6. Шариковый холодильник.
7. Установка для потенциометрического титрования.
8. Стекланный индикаторный электрод.
9. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
10. Анализируемый этанол.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В коническую колбу с пришлифованным шариковым холодильником помещают 100 см³ этанола, 100 см³ дистиллированной воды и кипятят в течение 15 мин. Затем смесь охлаждают до комнатной температуры, колбу отсоединяют от холодильника, 50 см³ жидкости переносят в электролитическую ячейку, погружают в нее электроды и включают мешалку. Титруют раствором NaOH до получения скачка и последующего незначительного изменения pH раствора. Строят кривые титрования в координатах pH — V и $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V}$ — V; находят объем титранта в точке стехиометричности.

Содержание кислот в пересчете на уксусную кислоту (q , г/дм³) в безводном этаноле вычисляют по формуле

$$q = \frac{3 \cdot 10 \cdot 100}{c} V = \frac{3000}{c} V, \quad (9)$$

где 3 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия, мг; 10 — коэффициент пересчета на 1 дм³ этанола; 100 — коэффициент пересчета на безводный спирт; c — концентрация этанола, % (об.); V — объем раствора NaOH, израсходованный на титрование 100 см³ этанола, см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Оценить возможность применения хлоридсеребряного электрода в качестве индикаторного электрода.
2. Составить реакцию, на которой основано потенциометрическое титрование ионов Ag⁺
3. На дифференциальной кривой титрования смеси хлороводородной и уксусной кислот 0,1082 моль/дм³ раствором гидроксида калия первый максимум соответствует объему титранта 0,45 см³, второй — 1,65 см³. Рассчитать массу (мг) кислот в анализируемой смеси.
4. Перечислить преимущества и недостатки стеклянного индикаторного электрода.
5. Указать вид интегральной кривой титрования смеси двух кислот.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Привести сравнительную характеристику определения кислот в этаноле методами прямой и косвенной потенциометрии, сравнить воспроизводимость полученных результатов.
2. Исследовать влияние температуры титруемого образца на результаты потенциометрического определения кислот в этаноле.
3. Разработать методику определения кислот в этаноле некомпенсационным потенциометрическим способом.
4. Установить состав кислот, присутствующих в этаноле, методом потенциометрического титрования с предварительным ректификационным разделением.
5. Определить и сопоставить содержание кислот в этаноле методами прямой и косвенной потенциометрии.
6. Применить для определения кислот в этаноле метод добавок.

Лабораторная работа № 7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ В ЭТАНОЛЕ

Методика основана на омылении сложных эфиров гидроксидом натрия. Для нейтрализации избытка гидроксида натрия добавляют титрованный раствор кислоты, избыток которой находят методом потенциометрического титрования. Рассчитывают объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на омыление и эквивалентный массе омыленных эфиров.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,05 и 0,1 моль/дм³ растворы.
2. Серная кислота, 0,1 моль/дм³ раствор.
3. Микробюретка вместимостью 5 см³.
4. Коническая колба вместимостью 500 см³.
5. Пипетка Мора вместимостью 10 см³.
6. Трубка с натронной известью.
7. Обратный холодильник.
8. Установка для потенциометрического титрования.
9. Стеклянный индикаторный электрод.
10. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
11. Анализируемый этанол.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

После определения кислот в этаноле (см. Лабораторную работу № 6) к нейтрализованному спирту прибавляют 10 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия. Смесь кипятят в конической колбе с обратным холодильником в течение 1 ч, охлаждают до комнатной температуры, закрывая часть холодильника трубкой с натронной известью, затем колбу отсоединяют от холодильника. Содержимое колбы переносят в электролитическую ячейку, добавляют 10 см³ раствора серной кислоты, погружают электроды и включают мешалку. Избыток кислоты оттитровывают 0,05 моль/дм³ раствором гидроксида натрия, титрант добавляют порциями объемом 0,1 см³ каждая.

По данным титрования строят дифференциальную кривую в координатах рН — V, находят объем титранта в точке стехиометричности.

Содержание эфиров (q, мг/дм³) в пересчете на уксусноэтиловый эфир в безводном этаноле вычисляют по формуле

$$q = 10 + \frac{V}{2} - 10 \frac{8,8 \cdot 10 \cdot 100}{c}, \quad (10)$$

где 10 — коэффициент пересчета на 1 дм^3 спирта; V — объем $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см^3 ; $8,8$ — масса уксусно-этилового эфира, соответствующая 1 см^3 $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия, 100 — коэффициент пересчета на безводный этанол; c — концентрация этанола, % (об).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить зависимость между электродным потенциалом и концентрацией (активностью) ионов в растворе.
2. Составить уравнение Нернста для стеклянного индикаторного электрода.
3. Указать величину, которую находят по кривой титрования в координатах $\frac{\Delta pH}{\Delta V} - V$ (V — объем титранта).
4. Объяснить расчет массы веществ по результатам потенциометрического титрования их смеси.
5. Описать подготовку пробы пищевого продукта для ионометрического анализа.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Исследовать влияние нейтральных солей на потенциометрическое определение сложных эфиров в этаноле.
2. Определить содержание сложных эфиров в этаноле путем построения градуировочного графика методом добавок.
3. По результатам потенциометрического определения сложных эфиров в этаноле рассчитать константу равновесия процесса омыления сложных эфиров гидроксидом натрия.
4. Изучить влияние гидрокарбоната натрия на определение сложных эфиров в этаноле.
5. Установить и сопоставить содержание сложных эфиров в коньяке разных сортов и в коньячном спирте.

Лабораторная работа № 8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЛКОВ В МОЛОКЕ

Определение основано на способности нейтрального водного раствора аминок групп белков в присутствии формальдегида повышать кислотность анализируемой пробы. При этом образуются соединения, которые титруют раствором гидроксида натрия. Методика применяется для определения суммарного содержания белков в молоке.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Формальдегид, раствор с концентрацией 36—40 % (мас.).
3. Бюретка вместимостью 25 см³.
4. Пипетки вместимостью 5 и 20 см³ — по 1 шт.
5. Установка для потенциометрического титрования.
6. Стекланный индикаторный электрод.
7. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
8. Анализируемое молоко.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В электролитическую ячейку пипеткой помещают 20 см³ молока, погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором NaOH, титрант добавляют порциями объемом по 0,1 см³. После введения каждой порции титранта показаниям прибора дают установиться и записывают результаты измерения рН.

После достижения первого скачка рН в ячейку добавляют 4 см³ свеженейтрализованного раствора формальдегида, титруют до появления второго скачка и дальнейшего незначительного изменения рН. Титрование повторяют до получения трех сходимых результатов. По экспериментальным данным строят кривую титрования в координатах $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V} - V$; находят объем титранта, израсходованный на титрование по второму скачку.

Содержание белков в анализируемом молоке [ω , % (мас.)] рассчитывают по формуле

$$\omega = 0,959 V, \quad (11)$$

где 0,959 — масса белков, эквивалентная 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия; V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать цель добавления формальдегида при потенциометрическом определении белков в молоке.
2. Объяснить устройство и принцип действия стекланный индикаторного электрода.
3. Перечислить факторы, влияющие на величину реального потенциала при потенциометрическом титровании.
4. Объяснить сущность потенциометрического определения белков в молоке.
5. Привести классификацию электродов.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить влияние кальция на определение белков в молоке.
2. Установить зависимость содержания белков в молоке от длительности хранения продукта после пастеризации.
3. Исследовать возможность определения белков в молоке с применением концентрационного элемента.
4. Исследовать влияние хлорида натрия на воспроизводимость результатов определения белков в молоке.
5. Изучить влияние кислотности молока на определение белков.
6. Разработать методику полуколичественного определения белков в молоке методом прямой потенциометрии.

Лабораторная работа №9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ ИЗВЕСТИ В ИЗВЕСТКОВОМ МОЛОКЕ

Известковое молоко нейтрализуют добавлением хлороводородной кислоты. Методика основана на потенциометрическом определении избытка кислоты, титрант — раствор гидроксида натрия.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Хлороводородная кислота, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Гидроксид натрия, 1 моль/дм³ раствор.
3. Бюретка вместимостью 25 см³.
4. Коническая колба вместимостью 150 см³.
5. Мерный цилиндр вместимостью 50 см³.
6. Часовое стекло.
7. Технические весы.
8. Установка для потенциометрического титрования.
9. Стекланный индикаторный электрод.
10. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
11. Анализируемое известковое молоко.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу известкового молока ($5 \pm 0,01$) г помещают в коническую колбу, добавляют 50 см³ хлороводородной кислоты и кипятят 1 — 2 мин. Затем колбу охлаждают, ее содержимое количественно переносят в электролитическую ячейку, погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором NaOH до до-стижения скачка и дальнейшего незначительного изменения рН.

По данным титрования строят графики в координатах $pH - V$ и $\frac{\Delta pH}{\Delta V} - V$; по графикам находят объем титранта в точке стехиометричности.

Содержание извести в известковом молоке (ω , % (мас.)) вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{(50 - V) \cdot 0,028 \cdot 100}{m}, \quad (12)$$

где V — объем раствора $NaOH$, израсходованный на титрование, cm^3 ; 50 — объем добавленного раствора HCl , cm^3 ; 0,028 — масса CaO , эквивалентная $1 cm^3$ 0,1 моль/ dm^3 раствора HCl , г; m — масса пробы известкового молока, г.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать пары электродов (индикаторного и сравнения), применяемых при кислотно-основном потенциометрическом титровании.

2. Привести примеры смеси двух кислот, потенциометрическое титрование которых возможно без предварительного разделения.

3. Объяснить принцип действия автоматического устройства для потенциометрического титрования.

4. Перечислить требования к серии стандартных растворов, применяемых для построения градуировочного графика.

5. Указать способ определения содержания извести в известковом молоке.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику определения извести в известковом молоке с Ca^{2+} -селективным индикаторным электродом.

2. Изучить возможность потенциометрического определения извести некомпенсационным методом.

3. Разработать методику титрования извести в неводном растворителе.

4. Разработать методику определения суммарного содержания примесей в известковом молоке.

5. Определить содержание гидроксида кальция в известковом молоке методом прямой потенциометрии.

6. Определить и сопоставить содержание гидроксида кальция в известковом молоке, полученном из различных образцов известняка или мела.

Лабораторная работа № 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРОКСИДА НАТРИЯ В ТЕХНИЧЕСКОМ ПРЕПАРАТЕ КАУСТИЧЕСКОЙ СОДЫ

Каустическая сода легко растворяет сухие вещества молока и эмульгирует жир, однако она плохо смывается с поверхности после мойки, поэтому необходимо применять моющие растворы с определенным содержанием каустической соды.

Определение основано на потенциометрическом титровании гидроксида натрия хлороводородной кислотой.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Хлороводородная кислота, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Мерная колба вместимостью 100 см³.
4. Пипетка Мора вместимостью 10 см³.
5. Градуированная пипетка вместимостью 1 см³.
6. Установка для потенциометрического титрования.
7. Стекланный индикаторный электрод.
8. Насыщенный хлоридсеребряный электрод сравнения.
9. Анализируемый концентрированный раствор каустической соды.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В мерную колбу помещают 1 см³ концентрированного раствора каустической соды, доводят водой до метки и перемешивают. В электролитическую ячейку пипеткой вводят 10 см³ полученного раствора, погружают электроды и включают магнитную мешалку. Титруют раствором HCl до достижения скачка и дальнейшего незначительного изменения pH. Титрование повторяют до получения трех сходимых результатов.

По данным титрования строят графики в координатах pH — V

$\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V} - V$; по графикам находят точку стехиометричности и объем раствора HCl, израсходованный на титрование.

Массу NaOH (*m*, г) в 1 дм³ раствора каустической соды вычисляют по формуле

$$m = \frac{M_c V \cdot 1000}{1000} = M_c V, \quad (13)$$

где *M* — молярная масса гидроксида натрия, г/моль; *c* — концентрация хлороводородной кислоты, моль/дм³; *V* — объем раствора HCl, израсходованный на титрование, см³; 1000 (числитель) — коэффициент пересчета массы гидроксида натрия из миллиграммов в граммы; 1000 (знаменатель) — коэффициент пересчета объема раствора из дм³ в см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать интервал рН, в котором применяется стеклянный индикаторный электрод.
2. Перечислить преимущества электрохимических методов титрования по сравнению с индикаторным.
3. Оценить возможность потенциометрического титрования в неводных средах.
4. Объяснить необходимость контроля за содержанием гидроксида натрия в каустической соде.
5. Перечислить требования к электроду сравнения.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Установить концентрацию раствора каустической соды с применением градуировочного графика, построенного методом добавок.
2. Изучить влияние примесей на потенциометрическое титрование раствора каустической соды.
3. Разработать методику определения каустической и питьевой соды методом прямой потенциометрии.
4. Определить и сопоставить содержание NaOH в образцах каустической соды различных производителей.
5. Сравнить точность и воспроизводимость результатов определения NaOH в каустической соде методами визуального и потенциометрического титрования.

Лабораторная работа № 11

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРОКСИДНОГО ЧИСЛА ЖИРА В МЯСЕ

Пероксидное число жира соответствует массе иода (г), образовавшегося в кислой среде из иодида калия под действием содержащихся в 1 г жира пероксидов. Пероксидное число применяется для оценки окислительных процессов, понижающих пищевую ценность продукта или приводящих к его порче.

Методика основана на окислении иодоводородной кислоты пероксидами, содержащимися в жире, с последующим потенциометрическим титрованием образовавшегося иода раствором тиосульфата натрия.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Тиосульфат натрия, 0,05 моль/дм³ раствор.
2. Иодид калия, свежеприготовленный насыщенный раствор.
3. Сульфат натрия, ч. д. а.

4. Уксусная кислота ледяная.
5. Хлороформ, ч. д. а.
6. Бюретка вместимостью 25 см³.
7. Колба вместимостью 250 — 300 см³ с пришлифованной пробкой.
8. Конические колбы вместимостью 100—150 см³ — 2 шт.
9. Пипетки вместимостью 10 см³ — 2 шт.
10. Мерный цилиндр вместимостью 25 см³.
11. Фарфоровая чашка диаметром 8 см³.
12. Часовое стекло.
13. Сушильный шкаф.
14. Водяная баня.
15. Технические весы.
16. Установка для потенциометрического титрования.
17. Платиновый индикаторный электрод.
18. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
19. Анализируемое мясо.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Подготовку пробы с предварительным обезвоживанием сульфатом натрия, получение хлороформного экстракта и определение жира в экстракте проводят по методике, приведенной в Лабораторной работе № 4.

Для определения пероксидного числа жира 10 см³ хлороформного экстракта помещают в электролитическую ячейку, добавляют 10 см³ уксусной кислоты и 1 см³ свежеприготовленного насыщенного раствора иодида калия, закрывают часовым стеклом и выдерживают в затемненном месте 3—5 мин. Затем в раствор добавляют 25 см³ дистиллированной воды, погружают электроды, включают магнитную мешалку и оттитровывают образующийся иод раствором тиосульфата натрия (проводят ориентировочное и точное титрование).

По полученным данным строят интегральную и дифференциальную кривые титрования, находят объем титранта в точке стехиометричности.

Одновременно проводят контрольное титрование в отсутствие жира.

Пероксидное число жира в анализируемом мясе (X, %) вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,00127(V_1 - V_2) \cdot 100}{m}, \quad (14)$$

где 0,00127 — масса иода, эквивалентная 1 см³ 0,05 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия; V₁ и V₂ — объемы раствора тиосульфата натрия, израсходованные на титрование анализируемого и контрольного растворов соответственно, см³; m — масса жира в экстракте, г.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Обосновать выбор электродов для редоксиметрического потенциометрического титрования.
2. Перечислить последовательность операций при прямом потенциометрическом определении перексидного числа жиров.
3. Указать цель определения перексидного числа жиров.
4. Какой способ титрования применяется для определения перексидного числа жира в мясе?
5. Указать индикаторный электрод применяемый при потенциометрическом определении Fe^{2+}

ТЕМАТИКА УИРС

1. Установить перексидное число жира в мясе некомпенсационным потенциометрическим методом с применением биметаллической пары электродов.
2. Изучить возможность установления перексидного числа жира в мясе методом потенциометрического титрования.
3. Исследовать полноту извлечения жира, заменив хлороформ другим экстрагентом (диэтиловый эфир, циклогексан) и сравнить результаты с полученными в данной лабораторной работе.
4. Разработать методику ускоренного определения перексидного числа жира в мясе.
5. Разработать методику определения перексидного числа жира с применением различных индикаторных электродов.
6. Изучить изменения перексидного числа жира при длительном хранении мяса в холодильнике при постоянной температуре.

Лабораторная работа № 12

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРАХМАЛА В КОЛБАСНЫХ ИЗДЕЛИЯХ

Определение основано на окислении альдегидных групп моносахаридов, образующихся при гидролизе крахмала в кислой среде, сульфатом меди (II) в составе жидкости Фелинга с образованием осадка оксида меди (II).

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Раствор сегнетовой соли: в дистиллированной воде растворяют 200 г сегнетовой соли и 150 г NaOH, разбавляют водой до 1 дм³.
2. Жидкость Фелинга — смесь равных объемов растворов сульфата меди и сегнетовой соли.
3. Хлороводородная кислота, раствор с концентрацией 10 % (мас.).

4. Гексацианоферрат(II) калия, раствор с концентрацией 15 % (мас.).
5. Гидроксид натрия, раствор с концентрацией 15 % (мас.).
6. Сульфат цинка, раствор с концентрацией 30 % (мас.).
7. Иодид калия, раствор с концентрацией 30 % (мас.).
8. Серная кислота, раствор с концентрацией 25 % (мас.).
9. Сульфат меди (II), раствор с концентрацией 4 % (мас.).
10. Тиосульфат натрия, 0,05 моль/дм³ раствор.
11. Фенолфталеин, этанольный раствор с концентрацией 1 % (мас.) (см. Лабораторную работу № 4).
12. Бюретка вместимостью 25 см³.
13. Мерные колбы вместимостью 50, 100 и 250 см³ — по 1 шт.
14. Коническая колба вместимостью 250 см³.
15. Мерные цилиндры вместимостью 10 и 100 см³ — по 1 шт.
16. Пипетки Мора вместимостью 10, 20 и 25 см³ — по 1 шт.
17. Градуированные пипетки вместимостью 2 см³ — 2 шт.
18. Воронка диаметром 4—6 см.
19. Складчатый фильтр.
20. Обратный водяной или воздушный холодильник.
21. Электрическая плитка.
22. Технические весы.
23. Таймер.
24. Установка для потенциометрического титрования.
25. Платиновый индикаторный электрод.
26. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
27. Анализируемый продукт.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В коническую колбу помещают пробу предварительно измельченного анализируемого продукта массой ($20 \pm 0,01$) г и приливают небольшими порциями 80 см³ хлороводородной кислоты. Колбу соединяют с обратным холодильником и кипятят на плитке 15 мин, периодически перемешивая. Колбу охлаждают до комнатной температуры, содержимое количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр в коническую колбу.

Фильтрат (25 см³) пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором NaOH до появления от одной капли щелочи красноватой окраски. Затем добавляют по каплям раствор HCl до исчезновения окраски и еще 2—3 капли кислоты для установления слабокислой реакции раствора.

Для осветления гидролизата и осаждения белков добавляют по 1,5 см³ растворов гексацианоферрата(II) калия и сульфата цинка. Колбу охлаждают до комнатной температуры, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Фильтрат

(10 см³) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ жидкости Фелинга, перемешивают и кипятят ровно 3 мин. Затем колбу охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают осесть выпавшему осадку Cu₂O.

Оставшийся раствор (20 см³) переносят пипеткой в электролитическую ячейку, добавляют по 10 см³ растворов иодида калия и серной кислоты, погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором тиосульфата натрия до появления скачка. Аналогично титруют контрольную пробу, в которой 10 см³ фильтрата заменяют 10 см³ дистиллированной воды. Строят кри-

вые титрования в координатах $E - V$ и $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V$; по графикам находят объем титранта в точке стехиометричности.

Объем раствора тиосульфата натрия, затраченный на титрование (V , см³), вычисляют по формуле

$$V = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 100}{20}, \quad (15)$$

где V_1 и V_2 — объемы раствора тиосульфата натрия, израсходованные на титрование контрольной пробы и анализируемого раствора соответственно, см³; 100 — кратность разбавления гидролизата после кипячения; 20 — объем титруемого раствора, см³.

Содержание крахмала в анализируемом продукте [ω , % (мас.)] рассчитывают по формуле

$$\omega = \frac{250 \cdot 50 \cdot 100m}{20 \cdot 25 \cdot 10} = 250m, \quad (16)$$

где 250 — объем гидролизата, см³; 50 — объем разбавленного фильтрата после нейтрализации и осаждения белков, см³; 100 — коэффициент пересчета на массу пробы 100 г; 20 — масса пробы анализируемого продукта, г; 25 — объем фильтрата, взятый для нейтрализации и осаждения белков, см³; 10 — объем гидролизата, взятый для кипячения, см³; m — масса крахмала, соответствующая объему раствора тиосульфата натрия (находят по табл. 2).

Т а б л и ц а 2. Масса крахмала в пробе в зависимости от объема титранта

Объем раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса крахмала, мг	Объем раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса крахмала, мг
1	2,8	11	32,3
2	5,6	12	35,4
3	8,4	13	38,6
4	11,3	14	41,8
5	14,2	15	45,0
6	17,1	16	48,3
7	20,1	17	51,6
8	23,1	18	54,9
9	26,1	19	58,2
10	29,2	20	61,6

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить методику определения крахмала в колбасных изделиях.
2. Оценить возможность применения хлоридсеребряного электрода в качестве индикаторного.
3. Перечислить задачи, решаемые потенциометрическим методом в анализе пищевых продуктов.
4. Какой вид имеет кривая потенциометрического титрования, построенная по второй производной, как по такой кривой устанавливают точку стехиометричности?
5. Перечислить требования к индикаторным электродам.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить влияние нейтральных солей на потенциометрическое определение крахмала в колбасных изделиях.
2. Заменить хлоридсеребряный электрод сравнения каломельным, сопоставить результаты с полученными в данной лабораторной работе.
3. Сравнить результаты определения крахмала в колбасах различных сортов.
4. Определить и сопоставить содержание крахмала в вареной колбасе в зависимости от продолжительности термической обработки продукта.
5. Разработать методику определения крахмала в колбасных изделиях без применения жидкости Фелинга.
6. Разработать ускоренную методику гидролиза крахмала для прямого потенциометрического определения в колбасных изделиях.

Лабораторная работа № 13 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЬТОЗЫ В ПИВНОМ СУСЛЕ

Методика основана на окислении мальтозы оксидом меди (II). Количество выпадающего красного осадка Cu_2O эквивалентно содержанию окисленного сахара. Это пример потенциометрического титрования с применением окислительно-восстановительной реакции.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Жидкость Фелинга I: 40 г перекристаллизованного $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды.

2. Жидкость Фелинга II: 200 г сегнетной соли и 150 г КОН растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды.

3. Железоаммонийные квасцы: в колбе вместимостью 1 дм³ в дистиллированной воде растворяют 100 г квасцов, добавляют 200 см³ серной кислоты ($d = 1,84 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$), при перемешивании доводят водой до метки.

4. Перманганат калия, раствор с титром по меди 10 мг/см³.

5. Бюретка вместимостью 25 см³.

6. Мерная колба вместимостью 250 см³.

7. Коническая колба вместимостью 150 см³.

8. Мерный цилиндр вместимостью 20 см³.

9. Пипетки вместимостью 10 и 20 см³ — по 1 шт.

10. Таймер.

11. Установка для фильтрования: колбы Бунзена — 2 шт., асбестовый или фарфоровый фильтр № 2 или № 3, предохранительная склянка, водоструйный насос.

12. Установка для потенциметрического титрования.

13. Платиновый индикаторный электрод.

14. Хлоридсеребряный электрод сравнения.

15. Анализируемое пивное сусло.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В мерную колбу пипеткой помещают 10 см³ пивного сусла, доводят до метки дистиллированной водой при перемешивании. В коническую колбу пипеткой отбирают 20 см³ полученного раствора и мерным цилиндром добавляют по 20 см³ жидкостей Фелинга I и II. Смесь перемешивают, кипятят ровно 3 мин. Осадку дают отстояться, жидкость над осадком осторожно сливают на фильтр. Фильтр помещают в горло колбы Бунзена, соединяют с вакуум-насосом. Для предотвращения окисления меди необходимо, чтобы осадок в колбе и на фильтре постоянно находился под слоем жидкости.

Осадок 2—3 раза промывают горячей водой, затем фильтрат помещают в другую колбу Бунзена, осадок растворяют в 15—20 см³ раствора железоаммонийных квасцов. Раствор из конической колбы осторожно переносят на фильтр. Коническую колбу и осадок на фильтре 5—6 раз промывают холодной дистиллированной водой, промывные воды помещают в ту же колбу. Фильтрат количественно переносят в электролитическую ячейку, погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором перманганата калия до появления скачка потенциала. Одновременно в таких же условиях титруют контрольную пробу, содержащую 10 см³ воды, раствор железоаммонийных квасцов и такой же объем промывных вод.

По полученным данным строят кривые титрования в координатах

натах $E - V$ и $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V$; по графикам находят объем титранта в точке стехиометричности.

Массу меди, восстановленную сахаром (m , мг), рассчитывают по формуле

$$m = (V_1 - V_2) \cdot 10,$$

где V_1 и V_2 — объемы раствора KMnO_4 , израсходованные на титрование анализируемого раствора и контрольной пробы соответственно, см^3 ; 10 — титр раствора KMnO_4 по меди, $\text{мг}/\text{см}^3$.

По массе меди (табл. 3) находят содержание мальтозы (мг) в анализируемом пивном сусле.

Т а б л и ц а 3. Пересчет массы меди на содержание мальтозы, мг

Медь	Мальтоза	Медь	Мальтоза	Медь	Мальтоза	Медь	Мальтоза
11,2	10	22,2	20	33,3	30	44,1	40
12,3	11	23,3	21	34,4	31	45,2	41
13,4	12	24,4	22	35,5	32	46,3	42
14,5	13	25,5	23	36,5	33	47,4	43
15,6	14	26,6	24	37,6	34	48,5	44
16,7	15	27,7	25	38,7	35	49,5	45
17,8	16	28,9	26	39,8	36	50,6	46
18,9	17	30,0	27	40,9	37	51,7	47
20,0	18	31,1	28	41,9	38	52,8	48
21,1	19	32,2	29	43,0	39	53,9	49

Содержание мальтозы в неразведенном сусле (q , $\text{г}/100 \text{ см}^3$) рассчитывают по формуле

$$q = \frac{m \cdot 250 \cdot 100}{20 \cdot 1000} = 1,25m, \quad (18)$$

где m — масса мальтозы в 20 см^3 суслу, мг; 250 — общий объем суслу, см^3 ; 100 — коэффициент пересчета на объем исходного суслу, взятый на анализ (100 см^3), 1000 — коэффициент пересчета содержания мальтозы из миллиграммов в граммы.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить методику потенциометрического определения мальтозы в пивном сусле.
2. Перечислить факторы, влияющие на крутизну электродной функции.
3. Составить уравнение Нернста для водородного электрода.
4. Привести сравнительную характеристику способов прямой потенциометрии.
5. Указать погрешность потенциометрических определений.

1. Разработать методику определения мальтозы в пиве разных сортов.

2. Определить содержание мальтозы в пиве с применением пары биметаллических электродов.

3. Определить содержание мальтозы в пивном сусле с применением кривой потенциометрического титрования, построенной по второй производной; результаты сопоставить с полученными в данной лабораторной работе.

4. Определить содержание мальтозы в различных сортах пива и в пивном сусле.

5. Изучить изменение содержания мальтозы в пиве при длительном хранении напитка.

6. Разработать методику определения мальтозы в пиве с применением различных индикаторных электродов.

Лабораторная работа № 14 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЛЮТАТИОНА В СОЛОДЕ

Глютацион — трипептид, состоящий из остатков глицина, цистеина и глутаминовой кислоты. Находится во всех клетках растений, является переносчиком водорода в редокс-процессах. Сульфгидрильная группа $-SH$ характеризуется сильными восстановительными свойствами.

Методика основана на окислении восстановленной формы глютациона иодом и последующем потенциометрическом титровании избытка иода. Окисленный глютацион восстанавливают действием цинка в кислой среде. Определяют суммарное содержание восстановленной формы глютациона, вычитают найденное содержание восстановленного глютациона и получают содержание глютациона в окисленной форме.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Иодид калия, раствор с концентрацией 5 % (мас.).
2. Иодат калия, 0,001 моль/дм³ раствор.
3. Сульфосалициловая кислота, раствор с концентрацией 4 % (мас.).
4. Цинковая пыль.
5. Микробюретка вместимостью 5 см³.
6. Мерная колба вместимостью 100 см³.
7. Коническая колба вместимостью 50 см³.
8. Мерный цилиндр вместимостью 100 см³.
9. Пипетки Мора вместимостью 5 и 10 см³ — по 1 шт.
10. Градуированные пипетки вместимостью 5 см³ — 2 шт.
11. Воронка диаметром 5—8 см.

12. Сухой беззольный фильтр.
13. Фарфоровая чашка с пестиком.
14. Водяная баня.
15. Технические весы.
16. Установка для потенциометрического титрования.
17. Платиновый индикаторный электрод.
18. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
19. Анализируемый солод.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Определение восстановленного глутатиона. Взвешивают $(10 \pm 0,01)$ г тщательно растертого в фарфоровой чашке сырого солода, переносят в мерную колбу, добавляют 80 см^3 дистиллированной воды и взбалтывают 10 мин. В полученную смесь при постоянном перемешивании добавляют 5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и доводят дистиллированной водой до метки. Смесь фильтруют, 10 см^3 фильтрата переносят в электролитическую ячейку, добавляют по $2,5 \text{ см}^3$ растворов сульфосалициловой кислоты и иодида калия. Погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором иодата калия до получения скачка потенциала.

В таких же условиях титруют контрольную пробу (10 см^3 дистиллированной воды).

По полученным данным строят кривые в координатах $E - V$ и $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V$; по графикам находят объем раствора иодата калия, израсходованный на титрование.

Массу восстановленной формы глутатиона в солоде (m_b , мг %)* вычисляют по формуле

$$m_b = (V_1 - V_2) \cdot 0,307 \cdot 100, \quad (19)$$

где V_1 и V_2 — объемы раствора иодата калия, израсходованные на титрование анализируемого раствора и контрольной пробы соответственно, см^3 ; 0,307 — титр раствора иодата калия, $\text{мг}/\text{см}^3$; 100 — коэффициент пересчета массы глутатиона на 100 г солода.

Определение окисленного глутатиона. В коническую колбу пипеткой Мора помещают 10 см^3 фильтрата, полученного при выполнении первой части лабораторной работы, добавляют 30 мг цинковой пыли и на 30 мин помещают смесь на кипящую водяную баню. Выделившийся водород восстанавливает весь глутатион, находившийся в окисленной форме. Смесь фильтруют, в охлажденном фильтрате повторно определяют содержание восстановленной формы глутатиона по методике, приведенной в первой части лабораторной работы.

* Число миллиграммов вещества в 100 г продукта обозначается мг %.

Массу окисленной формы глутатиона в солоде (m_0 , мг) вычисляют по формуле

$$m_0 = (V_1 - V_2) \cdot 0,307 - m_b, \quad (20)$$

где V_1 и V_2 — объемы раствора иодата калия, израсходованные на титрование 10 см^3 фильтратов, полученных из анализируемого раствора и контрольной пробы соответственно, см^3 , m_b — первоначально найденное количество восстановленного глутатиона, мг, $0,307$ — титр раствора иодата калия по глутатиону, $\text{мг}/\text{см}^3$.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать способ титрования при потенциометрическом определении глутатиона в солоде.
2. Перечислить факторы, влияющие на величину скачка потенциала на интегральной кривой потенциометрического титрования.
3. Составить уравнение Нернста для хлоридсеребряного электрода.
4. Описать методику потенциометрического определения глутатиона в солоде.
5. Составить уравнение Нернста для платинового электрода в растворе, содержащем ионы Fe^{2+} и Fe^{3+}

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику определения окисленной и восстановленной форм глутатиона в пиве разных сортов.
2. Исследовать влияние мальтозы на потенциометрическое определение глутатиона в пиве.
3. Выполнить не менее 10 определений восстановленной формы глутатиона и обработать полученные результаты методами математической статистики.
4. Разработать упрощенную методику определения глутатиона в солоде.
5. Изучить изменение содержания глутатиона в зависимости от сроков хранения солода при комнатной температуре.
6. Исследовать влияние углеводов на точность и воспроизводимость результатов определения глутатиона в солоде.

Лабораторная работа № 15 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИХРОМАТНОЙ ОКИСЛЯЕМОСТИ СТОЧНОЙ ВОДЫ

Химическое потребление кислорода (ХПК) — это количество окислителя (или эквивалентное ему количество кислорода), израсходованное на окисление содержащихся в воде примесей.

Определение основано на окислении загрязнителей сточной воды дихроматом калия в кислой среде с последующим потенциометрическим титрованием избытка дихромата калия раствором соли Мора.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Железоаммонийные квасцы, $0,25$ моль/дм³ раствор.
2. Дихромат калия, $0,25$ моль/дм³ раствор.
3. Серная кислота, $d = 1,84 \cdot 10^3$ кг/см³
4. Сульфат ртути, ч. д. а.
5. Сульфат серебра, ч. д. а.
6. Бюретка вместимостью 25 см³.
7. Круглодонная колба вместимостью 250 см³.
8. Мерные цилиндры вместимостью 50 и 100 см³ — по 1 шт.
9. Пипетки Мора вместимостью 10 и 20 см³ — по 1 шт.
10. Стекланные шарики.
11. Обратный холодильник.
12. Технические весы.
13. Установка для потенциометрического титрования.
14. Платиновый индикаторный электрод.
15. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
16. Анализируемая сточная вода.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В круглодонную колбу помещают 20 см³ анализируемой воды, 10 см³ раствора дихромата калия и по $0,4$ г сульфатов ртути и серебра (катализируют окисление органических соединений). Раствор перемешивают, добавляют 30 см³ серной кислоты и вводят стекланные шарики для обеспечения равномерного кипения. К колбе присоединяют холодильник и кипятят 2 ч, смесь охлаждают, отсоединяют холодильник и добавляют 100 см³ дистиллированной воды. Содержимое колбы перемешивают, переносят в электролитическую ячейку, погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют избыток дихромата калия раствором железозаммонийных квасцов до появления скачка потенциала.

По аналогичной методике анализируют контрольную пробу (20 см³ дистиллированной воды). Строят кривые титрования в оординатах $E - V$ и $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V$; по графикам находят объем титранта в точке стехиометричности.

Дихроматную окисляемость анализируемой сточной воды (ХПК, мг/дм³) вычисляют по формуле

$$\text{ХПК} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,25 \cdot 8 \cdot 1000}{V} = \frac{2000(V_1 - V_2)}{V}, \quad (21)$$

где V_1 и V_2 — объемы раствора железоаммонийных квасцов, израсходованные на титрование контрольной пробы и анализируемого раствора соответственно, см³; V — объем пробы воды, взятый для анализа, см³; 0,25 — концентрация раствора железоаммонийных квасцов, моль/дм³; 8 — $1/2$ молярной массы кислорода, г/моль; 1000 — коэффициент пересчета.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить значение показателя ХПК при оценке качества технологических и сточных вод.
2. Привести примеры индифферентных электродов и объяснить принцип их работы.
3. Требуется ли проверка градуировки шкалы потенциометра?
4. Оценить возможность потенциометрического титрования растворов гидроксидов натрия и аммония без предварительного разделения. Предложить схему анализа.
5. Привести уравнение зависимости электродного потенциала от содержания определяемого иона.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Исследовать влияние общей жесткости воды на ее дихроматную окисляемость.
2. Изучить кинетику окисляемости сточной воды потенциометрическим методом.
3. Исследовать возможность замены дихромата калия перманганатом калия при потенциометрическом определении ХПК.
4. Изучить возможность замены дихромата калия другими окислителями (растворами иода, брома, пероксида водорода).
5. Установить зависимость скорости окисления органических веществ раствором дихромата калия от рН.
6. Определить и сопоставить ХПК сточных вод различных пищевых производств (мясокомбинаты, жиркомбинаты, кондитерские фабрики).

Лабораторная работа № 16

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В МЯСЕ И МЯСНЫХ ПРОДУКТАХ

Методика основана на минерализации органических веществ, содержащихся в мясе, растворении минерализата в хлороводородной кислоте с последующим титрованием раствором комплексона

III в щелочной среде. Это пример потенциометрического титрования по реакции комплексообразования.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Хлороводородная кислота, раствор 25 % (мас.) концентрацией
2. Комплексон III, 0,01 моль/дм³ раствор.
3. Гидроксид натрия, 2 моль/дм³ раствор.
4. Нитрат кальция, 0,01 моль/дм³ раствор.
5. Бюретка вместимостью 25 см³.
6. Мерная колба вместимостью 50 см³.
7. Коническая колба вместимостью 100 см³.
8. Мерный цилиндр вместимостью 10 см³.
9. Воронка диаметром 5—8 см.
10. Беззольный фильтр.
11. Индикаторная бумага «конго».
12. Тигель.
13. Электрическая плитка.
14. Муфельная печь.
15. Аналитические весы.
16. Установка для потенциометрического титрования.
17. Са²⁺-селективный электрод.
18. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
19. Анализируемый продукт.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

На аналитических весах отбирают пробу анализируемого продукта массой $[(3 + 5) \pm 0,0001]$ г и помещают ее в тигель. Предварительно пробу обугливают: нагревают на электрической плитке, затем сжигают в муфельной печи при постепенном повышении температуры (400—500 °С) до постоянной массы. Тигель с золой помещают на кипящую водяную баню и для растворения золы добавляют 5 см³ хлороводородной кислоты. Полученный раствор фильтруют через беззольный фильтр в мерную колбу. Тигель и осадок на фильтре 2—3 раза промывают дистиллированной водой, промывные воды присоединяют к фильтрату. Раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Полученный раствор (10 см³) помещают в электролитическую ячейку и нейтрализуют раствором NaOH до розового окрашивания индикаторной бумаги «конго». Затем добавляют еще 4 см³ раствора NaOH для создания щелочной среды, погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором комплексона III до появления скачка.

По результатам титрования строят графики в координатах $E - V$ и $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V$; по графикам находят объем раствора комплексона III, израсходованный на титрование.

Содержание кальция в анализируемом продукте $[\omega, \% \text{ (мас.)}]$ вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{0,0004V_1}{mV_2} \cdot 50 \cdot 100 = \frac{0,20V_1}{m}, \quad (22)$$

где 0,0004 — масса кальция, эквивалентная 1 см³ 0,01 моль/дм³ раствора комплексона III, г; V_1 — объем раствора комплексона III, израсходованный на титрование, см³; 50 — общий объем анализируемого раствора, см³; 100 — коэффициент пересчета на массу продукта 100 г; m — масса пробы анализируемого продукта, г; V_2 — объем раствора, взятый для титрования, см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Обосновать выбор электродов при комплексонометрическом потенциометрическом титровании.

2. Указать вид дифференциальной и интегральной кривых титрования смеси двух веществ.

3. К какому типу индикаторных электродов относится платиновый электрод? Какие реакции протекают при потенциометрическом титровании с индикаторным платиновым электродом?

4. Указать электрод, для которого уравнение Нернста имеет вид

$$E = E^\circ + \frac{0,058}{n} \lg \frac{a_{\text{ок}}}{a_{\text{вос}}}.$$

5. Объяснить методику пробоподготовки при потенциометрическом определении кальция в мясных продуктах.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить влияние магния на потенциометрическое определение кальция в мясе.

2. Разработать методику потенциометрического определения кальция в мясных продуктах методом добавок.

3. Выполнить не менее 10 определений кальция в мясе и обработать полученные результаты методами математической статистики.

4. Исследовать влияние хлорида натрия и других консервантов на потенциометрическое определение кальция в мясе.

5. Разработать методику титрования кальция раствором оксалата натрия в слабощелочной среде с применением Ca^{2+} -селективного электрода.

6. Определить и сопоставить содержание кальция в мясе различных сортов (говядина, баранина, свинина, птица).

Лабораторная работа №17

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИДА КАЛЬЦИЯ В ПЛАВЛЕНОМ ПРОДУКТЕ

В производстве сыра и творога применяется раствор хлорида кальция с концентрацией 30—40 % (мас.). Для приготовления этого раствора используют гранулированный или плавленый хлорид кальция.

Определение основано на потенциометрическом титровании хлорида кальция, содержащегося в анализируемом плавленом продукте, раствором комплексона III.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Комплексон III, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Аммонийный буферный раствор.
3. Бюретка вместимостью 25 см³.
4. Мерная колба вместимостью 100 см³.
5. Пипетка Мора вместимостью 10 см³.
6. Аналитические весы.
7. Установка для потенциометрического титрования.
8. Са²⁺-селективный электрод.
9. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
10. Анализируемый плавленый продукт.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу плавленого продукта массой $(1,5 \pm 0,0001)$ г количественно переносят в мерную колбу, добавляют до метки дистиллированную воду и тщательно перемешивают. Пипеткой переносят 10 см³ раствора в электролитическую ячейку, добавляют 10 см³ аммонийного буферного раствора, погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором комплексона III, регистрируя изменения потенциала индикаторного электрода.

По полученным результатам строят кривые титрования в координатах $E - V$ и $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V$; по графикам устанавливают объем раствора комплексона III, израсходованный на титрование.

Содержание хлорида кальция в анализируемом продукте $[\omega, \% \text{ (мас.)}]$ вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{V \cdot 0,005549 \cdot 100 \cdot 10}{m} = \frac{5,549V}{m}, \quad (23)$$

где V — объем раствора комплексона III, израсходованный на титрование, см³; 0,005549 — масса хлорида кальция, соответствующая 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора комплексона III, г; m — масса пробы анализируемого продукта, г; 100 — коэффициент пересчета массы плавленого продукта на 100 г; 10 — кратность разбавления продукта.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить устройство и привести сравнительную характеристику ионоселективных электродов с различными мембранами.
2. Указать способы выполнения прямых потенциометрических определений.
3. Зависит ли вид интегральной кривой титрования от типа химической реакции?
4. Составить реакцию, применяемую для потенциометрического определения хлорида кальция в плавленых продуктах.
5. Какие растворители (полярные или неполярные) предпочтительнее для потенциометрического титрования и почему?

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить влияние хлоридов натрия и магния на определение хлорида кальция в растворах для осаждения творога.
2. Исследовать зависимость содержания хлорида кальция в сыворотке от полноты осаждения творога.
3. Разработать упрощенную методику определения хлорида кальция в плавленом продукте, применяемом для осаждения творога.
4. Сопоставить результаты определения хлорида кальция методами комплексонометрического (индикатор — эриохромовый черный Т) и потенциометрического титрования.
5. Разработать методику определения CaCl_2 в твороге после отделения сыворотки.

Лабораторная работа № 18 ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТ-ИОНОВ В МОЛОКЕ

Определение основано на применении твердого мембранного ионоселективного электрода и построении градуировочного графика для установления концентрации нитрат-ионов по экспериментально измеренному потенциалу электрода.

Для построения градуировочного графика при анализе молока рекомендуется метод добавок, поскольку мембранные ионоселективные электроды чувствительны, например, к белкам и высокомолекулярным соединениям.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Лимонная кислота кристаллическая, ч. д. а.
2. Ортофосфат натрия кристаллический, ч. д. а.
3. Нитрат калия, 0,1 моль/дм³ раствор.
4. Краситель амидо черный.
5. Мерные колбы вместимостью 50 см³ — 5 шт.
6. Мерная колба вместимостью 2000 см³.
7. Химический стакан вместимостью 500 см³.
8. Бутыль из темного стекла вместимостью 2 дм³.
9. Пипетки вместимостью 1, 5 и 20 см³ — по 1 шт.
10. Пробирка вместимостью не менее 30 см³.
11. Воронка диаметром 6—8 см.
12. Бумажный фильтр.
13. Водяная баня.
14. Центрифуга.
15. Аналитические весы.
16. Потенциометр.
17. NO₃⁻ -селективный электрод.
18. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
19. Анализируемое молоко.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для приготовления раствора красителя в химический стакан помещают 4,60 г амидо черного, 31,70 г лимонной кислоты и 8,40 г ортофосфата натрия, добавляют 300 см³ дистиллированной воды. Смесь перемешивают, нагревают на водяной бане при температуре не выше 70 °С, охлаждают струей водопроводной воды и переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см³ через воронку с бумажным фильтром. Фильтр промывают дистиллированной водой, доводят раствор до метки водой, перемешивают; рН полученного раствора должен находиться на уровне $2,3 \pm 0,1$.

Раствор красителя применяют в анализе через 12 ч после приготовления; хранят не более 4 месяцев в холодильнике в бутылки из темного стекла.

К 1 см³ анализируемого молока добавляют 20 см³ раствора амидо черного, образующего с белками нерастворимое соединение, и центрифугируют. Центрифугат (1 см³) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Для построения градуировочного графика методом добавок аналогично готовят четыре раствора, вводя дополнительно в мерные колбы 5; 7,5; 10 и 12,5 см³ раствора нитрата калия. Приготовленные растворы поочередно помещают в электролитическую ячейку потенциометра и измеряют потенциал ионоселективного электрода.

По полученным данным, начиная с потенциала анализируемого

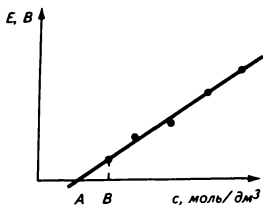


Рис. 5. Градуировочный график для определения нитрат-ионов методом добавок

го раствора, строят градуировочный график в координатах $E - c$ (рис. 5).

Через пять точек проводят прямую до пересечения с осью абсцисс (точка A) и опускают перпендикуляр из первой точки на ось абсцисс (точка B). Отрезок AB в масштабе графика соответствует концентрации нитрат-ионов в анализируемом растворе.

Для окончательного заключения о концентрации нитрат-ионов в пробе молока учитывают все разбавления анализируемого раствора.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить последовательность операций при прямом потенциометрическом определении нитрат-ионов в молоке.
2. Указать цель применения красителя амидо черного при определении нитрат-ионов в молоке.
3. Перечислить задачи, решение которых возможно методом потенциометрического титрования в неводных средах.
4. Объяснить методику градуировки потенциометра.
5. Назвать величину, обуславливающую выбор окислителя при титровании восстановителя.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить содержание нитрат-ионов в молоке методом прямой потенциометрии с применением уравнения Нернста.
2. Разработать методику ионометрического определения нитрат-ионов в молоке с применением концентрационного элемента.
3. Исследовать влияние хлорид-ионов на ионометрическое определение нитратов в молоке.
4. Установить влияние пастеризации на содержание нитратов в молоке.
5. Исследовать изменение содержания нитратов в коровьем молоке в зависимости от рациона питания животных.
6. Изучить влияние белков и лактозы на определение нитратов в молоке и молочных продуктах.

Лабораторная работа № 19

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАГНИЯ В МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ

При определении микропримесей в пищевых продуктах необходимы способы, характеризующиеся низкими пределами обнаружения. Желательно отсутствие стадии предварительного отделения определяемого компонента. Определение магния в молочных продуктах основано на ионометрическом измерении потенциала. Влияние примесей на результаты анализа учитывается при построении градуировочного графика методом добавок.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Краситель амидо черный, ч. д. а.
2. Хлорид магния, 0,1 моль/дм³ раствор.
3. Лимонная кислота кристаллическая, ч. д. а.
4. Ортофосфат калия кристаллический, ч. д. а.
5. Мерные колбы вместимостью 50 см³ — 5 шт.
6. Мерная колба вместимостью 2000 см³.
7. Химический стакан вместимостью 500 см³.
8. Бутыль из темного стекла вместимостью 2 дм³.
9. Пипетки вместимостью 1, 5 и 20 см³ — по 1 шт.
10. Пробирка вместимостью не менее 30 см³.
11. Воронка диаметром 6—8 см.
12. Бумажный фильтр.
13. Фарфоровая ступка с пестиком.
14. Центрифуга.
15. Водяная баня.
16. Аналитические весы.
17. Потенциометр.
18. Mg²⁺-селективный электрод.
19. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
20. Анализируемый молочный продукт (творог, кефир).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Приготовление раствора красителя амидо черного приведено в Лабораторной работе № 18.

Анализируемый продукт (5 г) растирают в фарфоровой ступке, переносят в химический стакан, добавляют 20 см³ дистиллированной воды и нагревают на водяной бане до 70 °С при перемешивании. Смесь фильтруют в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

К 1 см³ приготовленного раствора добавляют 20 см³ раствора амидо черного, образующего с белками нерастворимое соединение, и центрифугируют. Центрифугат (1 см³) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Аналогично готовят четыре раствора для построения градуировочного графика методом добавок, вводя в мерные колбы 5; 7,5; 10 и 12,5 см³ раствора хлорида магния. Приготовленные растворы поочередно помещают в электролитическую ячейку потенциометра и измеряют потенциал ионоселективного электрода.

Построение градуировочного графика и установление по графику концентрации Mg²⁺ описано в Лабораторной работе № 18.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Обосновать способ потенциометрического определения магния в молочных продуктах.

2. Перечислить условия применения метода добавок для построения градуировочного графика при прямых потенциометрических определениях.

3. Привести сравнительную характеристику потенциометрического и индикаторного методов титрования.

4. Объяснить методику построения градуировочного графика методом добавок.

5. Указать пару электродов (индикаторный и сравнения), применяемых при ионометрическом титровании.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить содержание магния в твороге с предварительным озолением анализируемой пробы, результаты сравнить с полученными в данной лабораторной работе.

2. Исследовать влияние кислотности творога на ионометрическое определение магния.

3. Определить содержание магния в молоке методом ионометрии и сравнить результаты с полученными в данной лабораторной работе.

4. Определить содержание магния в различных творожных изделиях, установить массовые соотношения содержания кальция и магния.

5. Исследовать влияние хлорида натрия на потенциометрическое титрование магния.

6. Разработать методику прямого потенциометрического определения магния в молоке.

Лабораторная работа № 20 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛИЯ В ЗЕРНЕ

Определение основано на использовании K^+ -селективного электрода и построении градуировочного графика методом добавок для устранения влияния примесей на результаты определения калия в зерне.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Краситель амидо черный, ч. д. а.
2. Хлорид калия, 0,1 моль/дм³ раствор.
3. Лимонная кислота кристаллическая, ч. д. а.
4. Ортофосфат натрия кристаллический, ч. д. а.
5. Мерные колбы вместимостью 50 см³ — 5 шт.
6. Мерная колба вместимостью 2000 см³.
7. Химический стакан вместимостью 500 см³
8. Бутыль из темного стекла вместимостью 2 дм³
9. Пипетки вместимостью 1, 5 и 20 см³ — по 1 шт.
10. Пробирка вместимостью не менее 30 см³.
11. Воронка диаметром 6—8 см.
12. Бумажный фильтр.
13. Зерновая мельница.
14. Центрифуга.
15. Аналитические весы.
16. Потенциометр.
17. K^+ -селективный электрод.
18. Анализируемое зерно (пшеница, рожь, овес).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Приготовление раствора красителя амидо черного описано в Лабораторной работе № 18.

Анализируемое зерно размалывают в мельнице. Пробу размолотого зерна (3—5 г) помещают в химический стакан, добавляют 20 см³ дистиллированной воды, слегка нагревают при перемешивании в течение 5—10 мин и фильтруют. К 1 см³ фильтрата добавляют 20 см³ раствора красителя амидо черного для связывания белков, смесь центрифугируют. Центрифугат (1 см³) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

По такой же методике готовят четыре раствора для построения градуировочного графика методом добавок, вводя дополнительно в мерные колбы 5; 7,5; 10 и 12,5 см³ раствора хлорида калия. Приготовленные растворы поочередно помещают в ячейку потенциометра и измеряют потенциал K^+ -селективного электрода.

Построение градуировочного графика и установление по графику концентрации калия описаны в Лабораторной работе № 18.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить построение градуировочного графика методом добавок при прямых потенциометрических определениях.
2. Перечислить преимущества и недостатки ионометрического измерения электродного потенциала.
3. Указать цель построения интегральной и дифференциальной кривых титрования.
4. Указать пару электродов (индикаторный и сравнения), применяемых при комплексонометрическом потенциометрическом титровании.
5. Обосновать применение метода добавок для определения калия в зерне.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить содержание калия в зерне с предварительным озолением пробы.
2. Определить содержание калия в крупяных изделиях методом прямой потенциометрии.
3. Разработать методику определения калия в муке с применением K^+ -селективного электрода в присутствии натрия, кальция, магния.
4. Определить содержание калия в различных образцах муки (ржаная, пшеничная, гречневая, ячменная, овсяная).
5. Разработать методику определения калия в муке, включающую окисление органических веществ азотной кислотой.

Лабораторная работа № 21 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРОВОДОРОДНОЙ КИСЛОТЫ В ВОДНОМ РАСТВОРЕ

Определение основано на титровании хлороводородной кислоты с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Хлороводородная кислота, $0,1$ моль/дм³ стандартный раствор.
2. Метилловый оранжевый, раствор с концентрацией $0,1\%$ (мас.).
3. Гидроксид натрия, $0,1$ моль/дм³ раствор.
4. Бюретка вместимостью 25 см³.
5. Мерная пипетка вместимостью 10 см³.

6. Колба для титрования вместимостью 100 см³
7. Химический стакан вместимостью 50 см³.
8. Потенциометр или рН-метр.
9. Стекланный индикаторный электрод.
10. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
11. Анализируемый раствор HCl.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Раствор гидроксида натрия неустойчив при хранении (поглощает из воздуха диоксид углерода), поэтому титр раствора NaOH устанавливают по стандартному раствору HCl. Пипеткой отбирают в колбу для титрования 10 см³ стандартного раствора HCl, добавляют несколько капель метилового оранжевого и титруют раствором NaOH до изменения окраски. Титрование повторяют 2—3 раза, вычисляя средний объем титранта.

Концентрацию и титр раствора NaOH (c_{NaOH} и T_{NaOH}) рассчитывают по формулам

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{c_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}}; \quad (24)$$

$$T_{\text{NaOH}} = \frac{c_{\text{NaOH}} M_{\text{NaOH}}}{1000}, \quad (25)$$

где c_{HCl} — молярная концентрация хлороводородной кислоты, моль/дм³; M_{NaOH} — молярная масса гидроксида натрия, г/моль.

Бюретку заполняют титрованным раствором NaOH. В потенциометрическую ячейку помещают анализируемый раствор HCl, погружают стекланный и хлоридсеребряный электроды.

Для настройки прибора переключатель «Род работ» должен находиться в положении «рН», переключатель температуры — на значении, соответствующем температуре раствора. Для установления скачка электродного потенциала первое титрование выполняют ориентировочно. Значения рН измеряют в широком диапазоне (от -1 до 14), переключатель «Размах» устанавливают в положение 15 рН.

Титрант добавляют порциями по 1 см³ при постоянном перемешивании. Титрование продолжают до щелочной реакции титруемого раствора и постоянства рН. По полученным результатам строят интегральную кривую титрования $\text{pH} = f(V)$ и устанавливают точку стехиометричности. Затем проводят точное титрование.

Вторую порцию анализируемого раствора HCl помещают в ячейку и титруют вблизи скачка потенциала (по 0,5 см³ по обе сто-

роны от точки стехиометричности на интегральной кривой титрования). Раствор титранта добавляют порциями по $0,1 \text{ см}^3$.

Расчитывают отношение $\Delta p\text{H}/\Delta V$, где $\Delta p\text{H} = p\text{H}_2 - p\text{H}_1$ (разность между двумя измерениями $p\text{H}$) и $\Delta V = V_2 - V_1$ (разность объемов титранта, соответствующих значениям $p\text{H}_2$ и $p\text{H}_1$). Строят дифференциальную кривую титрования $\frac{\Delta p\text{H}}{\Delta V} = f(V)$ и находят

объем раствора NaOH , затраченный на титрование анализируемого раствора.

Массу HCl (m_{HCl} , мг) рассчитывают по закону эквивалентов:

$$m_{\text{HCl}} = c_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}} M_{\text{HCl}},$$

где c_{NaOH} — молярная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³; V_{NaOH} — объем раствора гидроксида натрия, см³; M_{HCl} — молярная масса хлороводородной кислоты, г/моль.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать основное требование к индикаторному электроду.
2. Перечислить последовательность операций при потенциометрическом определении концентрации анализируемого раствора по градуировочному графику.
3. Составить схему установки для потенциометрического титрования.
4. При потенциометрическом титровании смеси хлороводородной и уксусной кислот первый максимум на дифференциальной кривой соответствует $8,5 \text{ см}^3$ $0,02 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия, второй — 21 см^3 титранта. Рассчитать массу (мг) каждой из кислот в анализируемой смеси.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику определения хлороводородной кислоты с применением метода Грана.
2. Сопоставить обработанные методами математической статистики результаты потенциометрического и индикаторного титрования хлороводородной кислоты.
3. Исследовать влияние хлоридов натрия, магния и кальция на титрование хлороводородной кислоты.
4. Изучить титрование хлороводородной кислоты в водно-этанольных растворах.
5. Сравнить точность и воспроизводимость результатов потенциометрического и кондуктометрического титрования хлороводородной кислоты.

Лабораторная работа № 22 ИЗМЕРЕНИЕ pH СИРОПА И МЕЛАССЫ

Методика основана на непосредственном измерении pH неразбавленного сиропа или мелассы, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1 : 1.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Фталатный буферный раствор с pH 4,01.
2. Боратный буферный раствор с pH 9,18.
3. Фосфатный буферный раствор с pH 6,80.
4. Химический стакан вместимостью 100 см³.
5. Технические весы.
6. Потенциометр или pH-метр.
7. Стекланный индикаторный электрод.
8. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
9. Анализируемый продукт (сироп, меласса).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Сироп и меласса имеют слабокислую (близкую к нейтральной) или слабощелочную реакцию среды.

Для настройки прибора по буферным растворам в потенциометрическую ячейку помещают буферный раствор, например с pH 6,8. Электроды погружают в раствор, устанавливают компенсатор температуры на соответствующее значение температуры, переключатель «Род работ» — на режим измерения pH. Переключателем «Предел измерений» настраивают прибор на диапазон pH 5 ÷ 8, рукояткой «Настройка по буферному раствору» устанавливают стрелку прибора на значение 6,8 по верхней шкале. Показания прибора контролируют по двум другим буферным растворам. Для этого переключают предел измерения на соответствующий диапазон и при необходимости пользуются переключателем «Размах шкалы».

При настройке прибора по буферным растворам, значения pH которых близки к значению pH анализируемого раствора, нет необходимости строить градуировочный график для стеклянного электрода.

Анализируемый сироп помещают в ячейку, погружают электроды и по верхней шкале прибора измеряют pH. Мелассу разбавляют свежeproкипяченной дистиллированной водой (20 °C) в соотношении 1 : 1, помещают в ячейку и измеряют pH.

Сиропы, меласса и другие густые продукты образуют на мембране стеклянного электрода трудносмываемый слой осадка. По-

этому электроды после измерений несколько раз промывают дистиллированной водой.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить ионоселективные электроды и объяснить принцип их работы. Привести примеры.
2. Указать цель приближенного потенциометрического титрования и назвать координаты соответствующей кривой титрования.
3. При потенциометрическом титровании смеси хлороводородной и уксусной кислот первый максимум на дифференциальной кривой соответствует $9,5 \text{ см}^3$ $0,092 \text{ моль/дм}^3$ титранта, второй — 15 см^3 . Рассчитать массу (мг) каждой из кислот в анализируемой смеси.
4. Указать пару электродов (индикаторный и сравнения), применяемых при перманганатометрическом потенциометрическом титровании.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Измерить рН сиропа и мелассы при градуировке потенциометра по ацетатному и аммонийному буферным растворам.
2. Изучить влияние сахарозы, фруктозы, глюкозы, других растворимых углеводов на рН сиропа.
3. Сопоставить точность и воспроизводимость результатов измерения рН потенциометрическим и колориметрическим методами с применением универсального индикатора.
4. Исследовать зависимость рН мелассы или сиропов от сроков хранения продукта.
5. Изучить влияние температуры на правильность и воспроизводимость результатов измерения рН сиропов.
6. Сопоставить результаты измерения рН сиропа и мелассы стеклянными электродами различных марок.

Лабораторная работа № 23 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ЯЧМЕНЯ И ДРУГИХ ЗЕРНОВЫХ

Зрелый ячмень имеет слабокислую реакцию, обусловленную присутствием гидрофосфатов, а также органических кислот (молочной, муравьиной). Титруемая кислотность выражается в градусах: 1 градус кислотности соответствует 1 см^3 1 моль/дм^3 раствора гидроксида натрия, затраченного на нейтрализацию кислот, содержащихся в 100 г зерна. Кислотность качественного ячменя составляет 1,8—2,5 град.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,1 моль/см³ стандартный раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Химический стакан вместимостью 100 см³.
4. Лабораторная мельница.
5. Сито.
6. Технические весы.
7. Потенциометр или рН-метр.
8. Стекланный индикаторный электрод.
9. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
10. Анализируемое зерно.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

На технических весах взвешивают 50 г ячменя, размалывают на лабораторной мельнице и просеивают через сито. В химический стакан отбирают (5±0,01) г полученного порошка, добавляют 50 см³ дистиллированной воды, перемешивают до исчезновения комков.

В подготовленную смесь погружают электроды и при постоянном перемешивании титруют раствором гидроксида натрия до резкого скачка рН и последующего незначительного изменения рН.

По результатам титрования строят интегральную $\text{pH} = f(V_{\text{NaOH}})$ и дифференциальную $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V} = f(V_{\text{NaOH}})$ кривые титрования. По дифференциальной кривой находят объем титранта, затраченный на титрование в точке стехиометричности.

Кислотность ячменя (К, град) рассчитывают по формуле

$$K = \frac{cV}{m} \cdot 100, \quad (26)$$

где c — концентрация титранта, моль/дм³; V — объем титранта, затраченный на титрование в точке стехиометричности, см³; m — масса навески порошка, г; 100 — коэффициент пересчета на 100 г зерна.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Привести сравнительную характеристику прямой и косвенной потенциометрии.
2. Составить уравнение Нернста для потенциала хлоридсеребряного электрода.
3. Указать объекты анализа потенциометрическим методом.

4. На потенциометрическое титрование пробы сока затрачивают 15 см^3 $0,0750$ моль/ дм^3 раствора гидроксида натрия. Рассчитать массу (мг) яблочной кислоты в соке.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Идентифицировать органические кислоты, обуславливающие повышенную кислотность зерна.

2. Исследовать влияние клейковины на определение кислотности ячменя.

3. Сопоставить результаты потенциометрического и кондуктометрического определения кислотности зерна.

4. Изучить возможность определения кислотности зерна ячменя в неводных растворителях.

5. Установить изменение кислотности зерна в зависимости от влажности и температуры хранения.

6. Определить кислотность зерна различных злаков (ячмень, рожь, пшеница, овес).

Лабораторная работа № 24 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИТРУЕМОЙ КИСЛОТНОСТИ ПИВА

Кислотность пива, в том числе темного, обусловленную присутствием органических кислот и кислых солей (фосфаты, карбонаты), определяют потенциометрическим титрованием раствором щелочи.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, $0,1$ моль/ дм^3 стандартный раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см^3
3. Мерная пипетка вместимостью 20 см^3
4. Химический стакан вместимостью 50 см^3
5. Воронка диаметром $5-8$ см.
6. Потенциометр или рН-метр.
7. Стекланный индикаторный электрод.
8. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
9. Анализируемое пиво.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Анализируемое пиво нагревают и при перемешивании освобождают от диоксида углерода. В химический стакан пипеткой отбирают 20 см^3 подготовленного пива, погружают электроды и при

постоянном перемешивании титруют раствором NaOH до получения скачка и последующего незначительного изменения pH. По результатам строят интегральную кривую $pH = f(V_{NaOH})$. Вблизи скачка проводят точное титрование и строят дифференциальную кривую $\frac{\Delta pH}{\Delta V} = f(V_{NaOH})$. Находят объем титранта, израсходованный на титрование.

Кислотность пива (K, см³ 1 моль/дм³ раствора NaOH / 100 см³ пива) рассчитывают по формуле

$$K = \frac{cV \cdot 100}{V_n}, \quad (27)$$

где c — концентрация титранта, моль/дм³; V — объем титранта, затраченный на титрование в точке стехиометричности, см³; V_n — объем анализируемой пробы пива, см³; 100 — коэффициент пересчета на 100 см³ пива.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать цель точного потенциометрического титрования и назвать координаты соответствующей кривой титрования.

2. Сопоставить аналитические возможности потенциометрического титрования и индикаторных титриметрических методов анализа.

3. Назвать основное требование к электроду сравнения.

4. На титрование 10 см³ пива расходуют 1,2 см³ 0,085 моль/дм³ раствора гидроксида натрия. Рассчитать кислотность пива в пересчете на 100 см³ напитка.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить кислотность пива различных сортов.

2. Установить марку стеклянного индикаторного электрода, обеспечивающего наиболее воспроизводимые результаты определения кислотности пива.

3. Исследовать влияние пивного сула на кислотность пива.

4. Провести серию определений кислотности пива методом Грана и установить соответствие полученных данных техническим условиям.

5. Изучить возможность замены хлоридсеребряного электрода каломельным.

6. Исследовать влияние различных электродов на воспроизводимость результатов определения титруемой кислотности пива.

7. Провести серию определений кислотности пива потенциометрическим и кондуктометрическим методами. Установить со-

ответствие полученных результатов требованиям ГОСТ и технических условий, обработать данные методами математической статистики.

Лабораторная работа № 25 ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТОВ И НИТРАТОВ В МЯСНЫХ ПРОДУКТАХ

При посоле мяса традиционно в небольших дозах применяются нитриты натрия или калия, которые обуславливают цвет, вкус и аромат мясных изделий, ингибируют рост микрофлоры и образование токсинов в мясных продуктах. В свиных колбасах, беконе, окороках содержание нитратов должно составлять 8—40 мг %, нитритов — 1—9 мг %. Нитриты окисляют до нитратов, которые определяют методом прямой потенциометрии по градуировочному графику.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Нитрат калия, ч. д. а.
2. Сульфат цинка, раствор с концентрацией 0,45 % (мас.).
3. Сульфат калия, 1 моль/дм³ стандартный раствор
4. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ стандартный раствор.
5. Персульфат аммония, раствор с концентрацией 8 % (мас.).
6. Химические стаканы вместимостью 50 см³ — 5 шт.
7. Мерные колбы вместимостью 100 — 6 шт., 1000 см³ — 1 шт.
8. Мерные пипетки вместимостью 5, 10 и 50 см³ — по 1 шт.
9. Мерный цилиндр вместимостью 100 см³.
10. Конические колбы вместимостью 250 см³ — 2 шт.
11. Воронка диаметром 5—8 см.
12. Фильтровальная бумага.
13. Вибросмеситель.
14. Таймер.
15. Аналитические весы.
16. Технические весы.
17. Иономер И-130.
18. NO₃⁻-селективный электрод.
19. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
20. Анализируемый мясной продукт (колбаса, окорок, бекон, шейка).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для построения градуировочного графика навеску нитрата калия массой $(10,1 \pm 0,0002)$ г количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной

воде и доводят до метки. Получают 0,1 моль/дм³ стандартный раствор нитрата калия ($pNO_3 = 1$). В мерных колбах вместимостью 100 см³ готовят стандартные растворы нитрата калия с концентрациями 10⁻², 10⁻³, 10⁻⁴ и 10⁻⁵ моль/дм³; pNO_3 этих растворов соответственно равны 2, 3, 4 и 5.

В пять химических стаканов пипеткой отбирают по 50 см³ стандартных растворов нитрата калия, в каждый добавляют по 1 см³ раствора сульфата калия. Поочередно в каждый стакан погружают электроды и измеряют потенциал (E , мВ). Перед каждым измерением электроды промывают дистиллированной водой. Измерения выполняют, переходя от разбавленных растворов к более концентрированным. По полученным результатам строят градуировочный график $E = f(pNO_3)$.

Для получения экстракта из мясного продукта в коническую колбу помещают навеску измельченного продукта массой 10—20 г, взвешенную на технических весах. В коническую колбу цилиндром добавляют 100 см³ теплой (50—60 °С) дистиллированной воды, помещают на вибросмеситель и экстрагируют 30 мин. Содержимое колбы охлаждают струей водопроводной воды и фильтруют в другую коническую колбу.

Для осаждения белков к фильтрату добавляют 2,5 см³ раствора NaOH и 10 см³ раствора сульфата цинка. Колбу нагревают 5 мин на водяной бане при температуре кипения, охлаждают под струей водопроводной воды до 20 °С, раствор фильтруют через бумажный фильтр. Фильтрат и воду после промывания осадка собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки стандартным раствором сульфата калия.

Полученный раствор помещают в электролитическую ячейку, измеряют потенциал, по градуировочному графику находят pNO_3 и начальную концентрацию нитратов в анализируемом экстракте.

Для определения нитритов их предварительно окисляют персульфатом натрия до нитратов. К 25 см³ фильтрата добавляют 0,5 см³ раствора персульфата аммония, интенсивно перемешивают и через 5 мин измеряют потенциал, по градуировочному графику находят концентрацию нитратов после окисления нитритов.

Разность между суммарным содержанием нитратов и их начальной концентрацией равна концентрации нитритов в анализируемом растворе.

Содержание нитратов в мясном продукте (ω_1 , мг%) рассчитывают по формуле

$$\omega_1 = \frac{cMV}{m} \cdot 100, \quad (28)$$

где c — концентрация нитратов до окисления, найденная по градуировочному графику, моль/дм³; M — молярная масса нитратов, г/моль; V — объем фильтрата (вместимость мерной колбы), см³; m — масса навески мясного продукта, г; 100 — коэффициент пересчета на 100 г продукта.

Содержание нитритов (ω_2 , мг%) вычисляют по формуле

$$\omega_2 = \frac{(c_1 - c)M_1V \cdot 100}{m}, \quad (29)$$

где c_1 — концентрация нитратов после окисления, найденная по градуировочному графику, моль/дм³; M_1 — молярная масса нитритов, г/моль.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать критерий, по которому классифицируют электроды в потенциометрическом методе анализа.
2. Составить уравнение Нернста для стеклянного электрода.
3. Указать величину, являющуюся функцией концентрации в потенциометрическом анализе.
4. На потенциометрическое титрование 100 см³ фруктового сока, содержащего 18 г аскорбиновой кислоты (молярная масса 176 г/моль), затрачивают 2,5 см³ 0,01 моль/дм³ раствора иода. Рассчитать содержание аскорбиновой кислоты в соке, % (мас.)

ТЕМАТИКА УИРС

1. Экспериментально выбрать марку Na⁺-селективного электрода, обеспечивающего наиболее точные результаты определения нитритов в мясных продуктах.
2. Исследовать состав реагента для окисления нитратов до нитритов, установить его влияние на определение нитратов в мясе.
3. Определить нитраты и нитриты в различных мясных продуктах методом прямой потенциометрии.
4. Сопоставить результаты определения нитритов в мясных продуктах методами потенциометрии и фотоэлектроколориметрии с применением реактива Грисса.
5. Изучить влияние хлорида натрия на правильность и воспроизводимость результатов определения нитратов в мясных продуктах.

Часть вторая

КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА



Кулонометрический метод анализа основан на явлении электролиза и измерении количества электричества, затрачиваемого на электрохимическое восстановление (окисление) определяемых ионов. В основе метода — закон Фарадея, устанавливающий связь между массой вещества, выделившегося на электроде, и количеством израсходованного при этом электричества:

$$m = \frac{QM}{nF}, \quad (30)$$

где m — масса электрохимически превращенного вещества, г; Q — количество электричества, Кл; M — молярная масса вещества, г/моль; n — число электронов, участвующих в электрохимической реакции; F — число Фарадея ($F = 96490$ Кл).

В зависимости от происходящих в растворе электрохимических процессов различают прямую кулонометрию и косвенную (кулонометрическое титрование). При прямых кулонометрических определениях электрический ток расходуется непосредственно на окисление или восстановление определяемых веществ. В методе косвенной кулонометрии на рабочем электроде генерируется промежуточный компонент, количественно реагирующий с определяемым веществом.

Кулонометрический анализ выполняется при постоянном токе (амперостатическая кулонометрия) или при контролируемом потенциале (потенциостатическая кулонометрия). Оба варианта имеют одну принципиальную основу, различаются по аппаратурному оформлению и технике проведения анализа.

При выполнении кулонометрических определений необходимо соблюдать следующие условия:

1) электрохимическое превращение вещества должно протекать со 100%-м выходом по току (или 100%-й эффективностью тока), т. е. побочные электрохимические реакции должны отсутствовать;

2) следует точно фиксировать момент завершения электрохимической реакции (прямая кулонометрия) или химической реакции (косвенная кулонометрия);

3) необходимо установление количества электричества, затраченного на электродную реакцию.

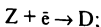
В анализе пищевых продуктов широко применяется метод амперометрической кулонометрии (кулонометрическое титрование). Титруют при постоянной силе тока (I), количество электричества Q (Кл) рассчитывают по формуле

$$Q = It, \quad (31)$$

где t — время, затраченное на электрохимическое окисление или восстановление вещества

Для предотвращения затрат электричества на побочные электрохимические процессы в анализируемый раствор вводят электроактивное вещество (вспомогательный реагент), которое участвует в электрохимической реакции. Продукт реакции (промежуточный реагент) количественно взаимодействует с определяемым веществом. Таким образом, кулонометрический метод аналогичен традиционным титриметрическим определениям с тем различием, что в кулонометрии титрант образуется в процессе титрования. Электрод, на котором получают (генерируют) титрант, называется рабочим генераторным электродом; ток, предназначенный непосредственно для генерирования титранта, — генераторным током.

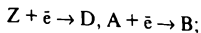
При кулонометрическом титровании определяемое вещество может быть неэлектроактивно, тогда как на генераторном электроде (например, катоде) вспомогательный реагент Z восстанавливается до промежуточного реагента D :



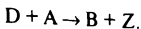
в растворе протекает реакция



Если определяемое вещество A электроактивно, на генераторном электроде (например, катоде) восстанавливается не только вспомогательный реагент Z , но и определяемое вещество A :



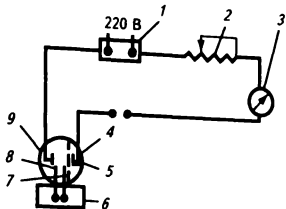
в растворе протекает химическая реакция



Между промежуточным реагентом и определяемым веществом возможны реакции осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления, кислотно-основного взаимодействия. Для фиксирования точки стехиометричности применяются визуальные (индикаторные) и инструментальные (потенциометрия, амперометрия, фотометрия, радиометрия и др.) методы.

Рис. 6. Схема установки для кулонометрического титрования:

1 — источник тока; 2 — высокоомное сопротивление, 3 — миллиамперметр; 4 — электролизер, 5 — вспомогательный электрод (стальная стержень); 6 — индикационный блок (потенциометр); 7 — хлоридсеребряный электрод сравнения; 8 — индикаторный стеклянный электрод, 9 — генераторный платиновый электрод



Кулонометрическое титрование имеет существенные преимущества перед другими физико-химическими методами анализа: определения проводятся быстро, с высокой точностью и воспроизводимостью (погрешность 0,05—0,01%), отсутствуют первичные стандарты, возможно применение в качестве генерируемых веществ малоустойчивых реагентов.

Установка для кулонометрического титрования. Установка состоит из двух блоков — генерационного и индикационного; схема представлена на рис. 6. В генерационный блок входят внешний источник постоянного тока 1, способный поддерживать ток в генераторной цепи длительное время на практически постоянном уровне; высокоомное сопротивление 2 для получения стабильного тока электролиза; миллиамперметр 3 для измерения тока; электролизер 4, в который вмонтированы генераторный (9) и вспомогательный (5) электроды.

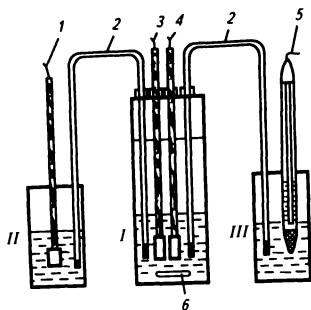
Источники постоянного тока — универсальные источники питания (УИП-1, УИП-2) или потенциостаты (П-5848, П-5827М).

Индикационный блок в зависимости от способа фиксирования точки стехиометричности включает различные установки, например при потенциометрической индикации — потенциометр. При визуальном установлении точки стехиометричности индикационный блок отсутствует. Для кулонометрического титрования требуются два рабочих электрода — генераторный и вспомогательный. Генераторные электроды изготавливают из платины, золота, серебра, амальгамы, ртути, графита. В качестве вспомогательных электродов применяются в основном электроды из благородного металла, чаще всего из платины, иногда из серебра.

Электролизер в методе кулонометрического титрования при визуальной индикации точки стехиометричности представляет собой ячейку из двух изолированных камер. При инструментальном установлении точки стехиометричности электролизер состоит из трех камер — генерационной и двух электродных (рис. 7).

Генерационная камера I — стеклянный сосуд с шлифованной крышкой, в отверстие которой помещают электроды и один

Рис. 7. Электролитическая ячейка:



1 — генерационная камера, II и III — электродные камеры; 1 — вспомогательный электрод, 2 — электролитические «ключи», 3 — генераторный электрод, 4 — индикаторный электрод, 5 — электрод сравнения, 6 — корь магнитной мешалки

конец электролитического «ключа», обеспечивающего электрический контакт между двумя камерами.

Электродная камера III — химический стакан с раствором индифферентного электролита, в него погружают вспомогательный электрод и второй конец соединительного мостика. Электродная камера II — химический стакан с насыщенным раствором KCl, в который погружен электрод сравнения.

Порядок работы на установке для кулонометрического титрования следующий.

1. Включают источник постоянного тока, прогревают прибор в течение 20 мин.

2. Помещают в ячейку необходимые растворы и магнитный стержень для перемешивания.

3. Через отверстие в крышке помещают в ячейку электролитический «ключ», второй конец которого вводят в стакан с раствором индифферентного электролита, где находится вспомогательный электрод.

4. Включают магнитную мешалку и записывают установившийся потенциал индикаторного электрода в отсутствие тока электролиза.

5. Замыкают цепь электролиза, одновременно включают таймер.

6. После достижения точки стехиометричности выключают таймер, ополаскивают дистиллированной водой электролитический «ключ» и электроды.

Кулонометрическое титрование повторяют 2—3 раза.

Лабораторная работа № 26

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ХЛЕБОПЕКАРНЫХ ДРОЖЕЙ

Методика основана на электрорегенерации ионов OH^- из H_2O на платиновом электроде и последующем их взаимодействии с ионами H^+ кислоты.

Определение кислотности хлебопекарных дрожжей — пример кулонометрического титрования с визуальным фиксированием точки стехиометричности.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Сульфат калия, раствор с концентрацией 10 % (мас.).
2. Фенолфталеин, этанольный раствор с концентрацией 1 % (мас.) (см. Лабораторную работу № 4).
3. Мерный цилиндр вместимостью 50 см³.
4. Пипетки вместимостью 2 и 10 см³ — по 1 шт.
5. Фарфоровая чашка с пестиком.
6. Таймер.
7. Технические весы.
8. Установка для кулонометрического титрования.
9. Генераторный платиновый электрод — пластины размером 1 × 1 см.
10. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
11. Анализируемые дрожжи.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

На технических весах отбирают 10 г дрожжей, растирают в фарфоровой чашке с 50 см³ дистиллированной воды. Переносят 2 см³ полученного гомогенизата в титрационную ячейку, добавляют 10 см³ раствора сульфата калия, 7 капель фенолфталеина, погружают генераторный электрод.

В анодную камеру помещают раствор сульфата калия и вспомогательный электрод. Включают таймер и титруют при силе тока 15 мА до появления розовой окраски. В момент изменения окраски раствора таймер выключают.

Для исключения погрешности, связанной в основном с присутствием в растворе диоксида углерода, проводят электролиз фонового раствора. Для этого в титрационную ячейку помещают 10 см³ раствора сульфата калия и 7 капель фенолфталеина, доводят дистиллированной водой до 12 см³ и титруют бесцветный раствор до появления розовой окраски. Время, затраченное на электролиз фонового раствора, вычитают из времени, пошедшего на титрование анализируемого гомогенизата.

Титрование повторяют 2—3 раза с новыми порциями гомогенизата. Рассчитывают среднеарифметическое определений.

Кислотность хлебопекарных дрожжей в пересчете на уксусную кислоту (К, мг/100 г дрожжей) вычисляют по формуле

$$K = \frac{0,01036 I \tau M_{\text{к}}}{V \cdot 10} \cdot 10, \quad (32)$$

где I — сила тока, мА; τ — время электролиза, с; M — молярная масса уксусной кислоты, г/моль; f — фактор стехиометричности (здесь $f=1$); V_k — объем колбы с анализируемым раствором, см³; V — объем анализируемого раствора, см³; 10 — коэффициент пересчета на 100 г дрожжей; 0,01036 — величина, обратная числу Фарадея (96490 Кл), умноженная на 1000 (для пересчета в мА).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить методику кулонометрического определения кислотности дрожжей.
2. Привести примеры кулонометрического титрования восстановителей.
3. Перечислить обязательные условия кулонометрических измерений.
4. На кулонометрическое титрование уксусной кислоты генерированными ионами OH^- затрачивают 23 с при силе тока 8 мА. Общий объем анализируемого раствора 100 см³, для титрования отбирают 10 см³ раствора. Вычислить массу (мг) уксусной кислоты в анализируемом растворе.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить кислотность хлебопекарных дрожжей, применяя в качестве титранта ионы OH^- , образующиеся при электрохимическом восстановлении воды на платиновом катоде.
2. Определить кислотность хлебопекарных дрожжей при силе тока 3 и 7 мА; результаты сопоставить с полученными в данной лабораторной работе.
3. Выполнить не менее 10 определений кислотности хлебопекарных дрожжей, обработать результаты методами математической статистики.
4. Определить кислотность дрожжей, применяя для генерации ионов OH^- сульфат натрия и воду.
5. Методом кулонометрического титрования определить кислотность хлебопекарных дрожжей при силе тока 20—30 мА, сопоставить точность и воспроизводимость полученных результатов.
6. Исследовать изменение кислотности дрожжей в зависимости от сроков хранения продукта.

Лабораторная работа № 27 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ В ТЕХНИЧЕСКОМ ПРЕПАРАТЕ

Методика основана на взаимодействии ионов OH^- , электрохимически генерированных из воды на платиновом электроде, с ионами H^+ лимонной кислоты.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Вспомогательный реагент — раствор сульфата калия с концентрацией 10 % (мас.).
2. Фенолфталеин, этанольный раствор с концентрацией 1 % (мас.) (см. Лабораторную работу № 4).
3. Мерная колба вместимостью 100 см³.
4. Химический стакан вместимостью 50 см³.
5. Пипетки вместимостью 1 и 10 см³ — по 1 шт.
6. Фарфоровая чашка с пестиком.
7. Таймер.
8. Аналитические весы.
9. Кулонометрическая установка с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.
10. Генераторный платиновый электрод — пластины размером 1х1 см.
11. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
12. Стекланный индикаторный электрод.
13. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
14. Анализируемый технический препарат лимонной кислоты.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Около 2 г препарата лимонной кислоты взвешивают на аналитических весах в химическом стакане, растирают в сухой фарфоровой чашке, количественно переносят в мерную колбу, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Помещают 1 см³ полученного раствора в титрационную ячейку, добавляют 10 см³ раствора вспомогательного реагента, 7 капель фенолфталеина, погружают генераторный электрод. В анодную камеру вводят раствор сульфата калия и в него погружают вспомогательный электрод. Включают таймер и титруют раствор при силе тока 15 мА до появления розовой окраски. При достижении точки стехиометричности таймер выключают.

Для проведения предварительного электролиза фонового раствора в титрационную ячейку помещают 10 см³ раствора сульфата калия, 1 см³ дистиллированной воды и титруют до появления окраски. Время, затраченное на предварительный электролиз фонового раствора, вычитают из времени, пошедшего на титрование кислоты. Определение повторяют 2—3 раза с новыми порциями раствора.

Содержание лимонной кислоты в анализируемом препарате [ω, % (мас.)] вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{0,01036 I \tau M f V_k}{V m}, \quad (33)$$

где m — масса пробы анализируемого препарата, ; остальные обозначения см формулу (32).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Обосновать необходимость предварительного электролиза фонового раствора.
2. Указать физическое явление, на котором основан кулонометрический метод анализа.
3. Назвать вариант кулонометрического метода, широко применяемый при анализе пищевых продуктов.
4. В 200 см^3 воды содержится 50 г препарата уксусной кислоты. На титрование 15 см^3 раствора затрачивают 12 с . Рассчитать силу тока, при которой проводят титрование.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить молочную кислоту в техническом препарате методом кулонометрического титрования с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.
2. Разработать методику определения винной кислоты в техническом препарате методом кулонометрического титрования без применения сульфата калия.
3. Определить слабую кислоту (например, пропионовую, винную) методом кулонометрического титрования с амперостатической индикацией точки стехиометричности.
4. Разработать методику определения лимонной кислоты в консервантах.
5. Определить лимонную кислоту в различных образцах соков и сопоставить результаты с известными данными.
6. Установить влияние яблочной кислоты на воспроизводимость и правильность результатов определения лимонной кислоты.

Лабораторная работа № 28 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ЗЕРНА

Методика основана на взаимодействии ионов OH^- , генерированных из H_2O на платиновом электроде, с ионами H^+ кислот, содержащихся в водном экстракте из зерна.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Сульфат калия, раствор с концентрацией 10% (мас.).
2. Коническая колба вместимостью $100 - 150 \text{ см}^3$.
3. Мерный цилиндр вместимостью 50 см^3 .
4. Пипетка вместимостью 10 см^3 .

5. Стекланные пластинки размером 10×10 см — 2 шт.
6. Таймер.
7. Лабораторная мельница.
8. Технические весы.
9. Кулонометрическая установка с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.
10. Генераторный платиновый электрод — пластины размером 1×1 см.
11. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
12. Индикаторный стеклянный электрод.
13. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
14. Анализируемое зерно.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

На технических весах отбирают 30—50 г зерна, очищают от сорной примеси и размалывают на лабораторной мельнице. Размолотое зерно переносят на стеклянную пластинку, распределяют ровным слоем и придавливают сверху другой пластинкой; толщина слоя зерна должна составить 3—4 мм. Затем снимают верхнюю пластинку, не менее чем из 10 мест отбирают примерно 5 г зерна и взвешивают на технических весах.

Для получения водного экстракта из зерна пробу помещают в коническую колбу, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды, перемешивают до исчезновения комков. Переносят 10 см^3 экстракта в титрационную ячейку, приливают 10 см^3 раствора сульфата калия, погружают генераторный и индикаторный электроды. Включают таймер и титруют раствор при силе тока 15 мА с потенциометрической индикацией точки стехиометричности. Через каждые 30 с записывают показания потенциометра. Вблизи точки стехиометричности наблюдается скачок потенциала, после достижения скачка записывают еще 3—4 показания прибора, размыкают цепь электролиза, выключают мешалку.

Титрование повторяют с новой порцией водного экстракта, записывают показания потенциометра вблизи точки стехиометричности через каждые 10 с. Строят кривые титрования в координатах $\text{pH} - \tau$ и $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta \tau} - \tau$; по графикам находят точку стехиометричности.

Для проведения предварительного электролиза фонового раствора в титрационную ячейку помещают 10 см^3 раствора сульфата калия, 10 см^3 дистиллированной воды и титруют. Точку стехиометричности устанавливают потенциометрическим способом. Время электролиза фонового раствора вычитают из времени, затраченного на титрование экстракта.

Кислотность зерна в пересчете на ортофосфорную кислоту (К, мг $\text{H}_3\text{PO}_4/100$ г зерна) вычисляют по формуле

$$K = \frac{0,01036 I \tau M f V_k}{V} \cdot 20, \quad (34)$$

где 20 — коэффициент пересчета на 100 г зерна; остальные обозначения см. формулу (32).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить устройство и назначение генераторного электрода.
2. Указать способ установления точки стехиометричности при кулонометрическом титровании.
3. Объяснить назначение промежуточного реагента.
4. При определении кислотности дрожжей (в пересчете на сухую кислоту) навеску дрожжей (0,50 г) гомогенизируют в 100 см^3 воды. Титруют 10 см^3 раствора при силе тока 8,5 мА. Вычислить время титрования.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику кулонометрического определения кислотности зерна со спектрофотометрической индикацией точки стехиометричности.
2. Сопоставить результаты определения кислотности зерна при различных объемах вспомогательных реагентов (сульфат меди, сульфат натрия).
3. Разработать методику определения кислотности хлебобулочных изделий.
4. Разработать методику ускоренного определения кислотности зерна методом кулонометрического титрования с амперметрической индикацией точки стехиометричности.
5. Определить кислотность зерна различных сортов.
6. Исследовать зависимость кислотности зерна от влажности при различных сроках хранения.
7. Разработать методику определения кислотности муки.

Лабораторная работа № 29 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ПИВА

Методика основана на взаимодействии ионов OH^- , электрохимически генерированных из H_2O на платиновом электроде, с ионами H^+ кислот (в пересчете на молочную кислоту), содержа-

щихся в пиве. Определение кислотности пива — пример кулонометрических измерений с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Вспомогательный реагент — раствор сульфата натрия с концентрацией 10 % (мас.).
2. Коническая колба вместимостью 200 см³.
3. Пипетки вместимостью 10 см³ — 2 шт.
4. Таймер.
5. Водяная баня.
6. Кулонометрическая установка для титрования с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.
7. Генераторный платиновый электрод — пластины размером 1 × 1 см.
8. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
9. Индикаторный стеклянный электрод.
10. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
11. Анализируемое пиво.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Анализируемое пиво взбалтывают для удаления основной массы диоксида углерода и при необходимости фильтруют. Отбирают 10 см³ пива, переносят в коническую колбу и кипятят 1 мин на водяной бане для удаления остатка СО₂. Затем колбу с жидкостью быстро охлаждают струей водопроводной воды до комнатной температуры.

В титрационную ячейку помещают по 10 см³ пива и раствора вспомогательного реагента, погружают генераторный и индикаторный электроды. Включают таймер и титруют при силе тока 15 мА. Дальнейший ход анализа приведен в Лабораторной работе № 26. По результатам титрования строят графики в координатах рН — τ и $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta \tau}$ — τ; по графикам устанавливают точку стехиометричности.

Кислотность пива (К, г молочной кислоты/100 см³ пива) вычисляют по формуле

$$K = \frac{0,01036 / \tau M f V_k}{V 1000}, \quad (35)$$

где 1000 — коэффициент пересчета содержания молочной кислоты с миллиграммов на граммы; остальные обозначения — см. формулу (32).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Назвать преимущества и недостатки кулонометрического титрования по сравнению с другими электрохимическими методами.

2. Объяснить принципиальное отличие определения электроактивных и неэлектроактивных веществ.

3. Указать назначение промежуточного реагента.

4. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают $0,5 \text{ г}$ гомогенизированных дрожжей. Время титрования 10 см^3 раствора составляет $9,4 \text{ с}$. Вычислить силу тока.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Установить кислотность пива с использованием внешней генерации титранта; результаты сопоставить с полученными в данной лабораторной работе.

2. Разработать методику определения кислотности пива без применения вспомогательного реагента, используя ячейку для внешней генерации ионов OH^- из воды.

3. Выполнить не менее 10 определений кислотности пива, обработать результаты методами математической статистики.

4. Определить кислотность разных сортов пива, сопоставить результаты с требованиями соответствующих стандартов.

5. Провести серию определений кислотности пива при генерировании титранта из Na_2SO_4 и K_2SO_4 , установить условия получения воспроизводимых результатов.

6. Разработать методику ускоренного определения кислотности пива.

Лабораторная работа № 30 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ МОЛОКА

Кислотность молока (градусы Тернера, $^\circ\text{T}$) соответствует объему (см^3) $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора NaOH , необходимому для нейтрализации кислот, содержащихся в 100 см^3 молока.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Вспомогательный реагент — раствор сульфата калия с концентрацией 10% (мас.).

2. Пипетки вместимостью 10 см^3 — 2 шт.

3. Таймер.

4. Кулонометрическая установка для титрования с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.

5. Генераторный платиновый электрод — пластины размером 1×1 см.
6. Индикаторный стеклянный электрод.
7. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
8. Анализируемое молоко.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В титрационную ячейку помещают по 10 см^3 молока и раствора вспомогательного реагента, погружают генераторный и индикаторный электроды. Включают таймер и титруют при силе тока 15 мА . Дальнейший ход анализа приведен в Лабораторной работе № 26.

По полученным данным строят графики в координатах $\text{pH} - \tau$ и $\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta \tau} - \tau$; по графикам находят точку стехиометричности.

Кислотность молока (K , °Т) вычисляют по формуле

$$K = 0,01036I\tau \quad (36)$$

[обозначения — см. формулу (32)].

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать единицы измерения кислотности молока.
2. Привести примеры кулонометрического титрования окислителей.
3. Объяснить выбор индикаторного электрода.
4. Для кулонометрического определения лимонной кислоты в техническом препарате из 50 г препарата готовят 200 см^3 анализируемого раствора. На титрование 15 см^3 раствора при силе тока 5 мА затрачивают 12 с . Вычислить массу (г) лимонной кислоты в 100 г технического препарата.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику кулонометрического определения кислотности молочных продуктов (кефир, простокваша, ряженка, йогурт).
2. Установить кислотность молока, применяя в качестве вспомогательного реагента раствор хлорида аммония или натрия; результаты сравнить с полученными в данной лабораторной работе.
3. Провести серию определений кислотности различных молочных продуктов (кефир, ряженка, сливки, йогурт) методом до-

бавок молочной кислоты и статистически обработать полученные результаты.

4. Изучить влияние хлоридов натрия, магния и кальция на определение кислотности молочных продуктов.

5. Разработать методику определения кислотности молока с применением сульфатов натрия и калия для генерирования ионов OH^-

Лабораторная работа № 31 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИДОВ В СТОЧНОЙ ВОДЕ МЯСОКОМБИНАТА

Методика основана на осаждении ионов Cl^- , содержащихся в сточной воде мясокомбината, электрохимически генерированными ионами Ag^+ , полученными при анодном растворении серебряного электрода.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Индифферентный электролит — 0,4 моль/дм³ раствор нитрата натрия в 0,05 моль/дм³ растворе хлорной кислоты.
2. Мерная колба вместимостью 100 см³
3. Пипетки вместимостью 10 и 15 см³ — по 1 шт.
4. Воронка диаметром 6—8 см.
5. Бумажный фильтр.
6. Таймер.
7. Кулонометрическая установка для титрования с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.
8. Генераторный серебряный электрод.
9. Индикаторный серебряный электрод.
10. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
11. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
12. Анализируемая сточная вода.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Предварительно прокипяченную сточную воду (100 см³) фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу. Остаток на фильтре промывают дистиллированной водой, жидкость в колбе доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Помещают 10 см³ фильтрата в титрационную ячейку, добавляют 15 см³ раствора индифферентного электролита, погружают генераторный и индикаторный электроды. Включают таймер и титруют при силе тока 15 мА. Дальнейший ход анализа приведен в Лабораторной работе № 26.

По полученным данным строят графики в координатах $E - \tau$ и

$\frac{\Delta E}{\Delta \tau} - \tau$; по графикам находят точку стехиометричности.

Массу хлоридов в 100 см^3 анализируемой сточной воды (m , г) вычисляют по формуле

$$m = 0,1036 I \tau M_f V_k 10, \quad (37)$$

где 10 — коэффициент пересчета на 100 см^3 сточной воды; остальные обозначения — см. формулу (32).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить условия кулонометрического титрования окислителей.
2. Назвать основной закон, на котором базируется кулонометрический метод анализа.
3. Какой ток называется генераторным?
4. На кулонометрическое титрование 10 см^3 водного экстракта, полученного из 50 см^3 хлебного мякиша, затрачивают 1 мин при силе тока $8,5 \text{ мА}$. Рассчитать массу (мг) хлорида натрия в хлебе.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику определения хлоридов в сточной воде мясокомбината осадительным методом с генерацией ионов Ag^+ на серебряном электроде.
2. Разработать методику определения хлоридов в сточной воде амперометрической индикацией точки стехиометричности.
3. Выполнить не менее 10 определений хлоридов в сточной воде, обработать полученные результаты методами математической статистики.
4. Исследовать влияние кальция и магния на правильность и воспроизводимость результатов определения хлоридов в сточной воде мясокомбината.
5. Разработать методику определения хлоридов, предусматривающую снижение расхода соли серебра.
6. Разработать методику определения хлоридов в сточной воде визуальной индикацией точки стехиометричности.

Лабораторная работа № 32

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИДА НАТРИЯ В МЯСНЫХ ПРОДУКТАХ

Определение основано на осаждении ионов Cl^- , содержащихся в водном экстракте из мясных продуктов, электрохимически генерированными ионами Ag^+ , полученными при анодном растворении серебряного электрода.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Индифферентный электролит — 0,4 моль/дм³ раствор нитрата натрия в 0,05 моль/дм³ растворе хлорной кислоты.
2. Коническая колба вместимостью 200 см³.
3. Химический стакан вместимостью 150 см³.
4. Пипетка вместимостью 10 см³.
5. Стеклянная палочка с резиновым наконечником.
6. Воронка диаметром 6—8 см.
7. Бумажный фильтр.
8. Мясорубка с диаметром отверстий решетки 3—4 мм.
9. Технические весы.
10. Кулонометрическая установка для титрования с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.
11. Генераторный серебряный электрод.
12. Индикаторный серебряный электрод.
13. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
14. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
15. Анализируемый продукт (колбаса, ветчина, буженина, окорок).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

С анализируемого продукта снимают оболочку, дважды измельчают в мясорубке, тщательно перемешивают полученный фарш. Отбирают на технических весах $\sim (5 \pm 0,01)$ г фарша в химический стакан, приливают 100 см³ дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой в течение 10 мин и фильтруют в коническую колбу через бумажный фильтр.

Переносят 5—10 см³ фильтрата в титрационную ячейку, добавляют 10—15 см³ раствора индифферентного электролита, погружают генераторный и индикаторный электроды. Дальнейший ход анализа приведен в Лабораторной работе № 26.

По полученным данным строят графики в координатах $E - \tau$ и

$\frac{\Delta E}{\Delta \tau} - \tau$, по графикам находят точку стехиометричности.

Содержание хлорида натрия в анализируемом продукте (ω , % (мас.)) вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{0,01036 I \tau M_f \cdot 100 \cdot V_k}{V_m \cdot 1000}, \quad (38)$$

где m — масса пробы продукта, взятая для анализа, г; 100 — коэффициент пересчета на 100 г продукта; 1000 — коэффициент пересчета содержания хлорида натрия из миллиграммов в граммы; остальные обозначения — см. формулу (32).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить химические реакции, применяемые при кулонометрическом титровании.
2. Указать величину, являющуюся функцией массы определяемого вещества.
3. Объяснить сущность инструментального фиксирования точки стехиометричности в кулонометрии.
4. В мерной колбе вместимостью 500 см³ растворяют 50 г хлорида натрия; 10 см³ раствора титруют при силе тока 8,5 мА. Рассчитать время титрования.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить содержание хлорида натрия в мясных продуктах методом кулонометрического титрования с биамперометрической индикацией точки стехиометричности.
2. Исследовать возможность определения хлорида натрия в мясных продуктах с применением обратного титрования.
3. Разработать методику определения хлорида натрия в мясе различных сортов (говядина, свинина, птица).
4. Определить содержание хлорида натрия в колбасах различных сортов.
5. Исследовать влияние белков и углеводов на определение хлорида натрия в вареных колбасах разных сортов.
6. Разработать методику определения хлоридов, предусматривающую генерирование ионов Ag⁺ токами силой 30—50 мА.

Лабораторная работа № 33 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИДА НАТРИЯ В СЫРЕ

Методика основана на осаждении ионов Cl⁻, содержащихся в водном экстракте из сыра, электрохимически генерированными ионами Ag⁺, полученными при анодном растворении серебряного электрода.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Индифферентный электролит — 0,4 моль/дм³ раствор нитрата натрия в 0,05 моль/дм³ растворе хлорной кислоты.
2. Азотная кислота, раствор с концентрацией 70 % (мас.).
3. Нитрат серебра, раствор с концентрацией 5 % (мас.).
4. Мерная колба вместимостью 100 см³.
5. Коническая колба вместимостью 200 см³.
6. Пипетки вместимостью 10 и 15 см³ — по 1 шт.
7. Воронка диаметром 6—8 см.
8. Бумажный фильтр.
9. Стеклопалочка.
10. Фарфоровый тигель.
11. Сушильный шкаф.
12. Технические весы.
13. Кулонометрическая установка для титрования с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.
14. Генераторный серебряный электрод.
15. Индикаторный серебряный электрод.
16. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
17. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
18. Анализируемый сыр.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу сыра массой 2—3 г взвешивают в фарфоровом тигле с точностью 0,01 г. Предварительно тигель помещают в сушильный шкаф и сушат при постепенном повышении температуры до 120—140 °С.

Пробу сыра высушивают, измельчают стеклянной палочкой, затем обрабатывают 4—5 порциями дистиллированной воды, нагретой до 80—90 °С. Полученную массу переносят на бумажный фильтр и фильтруют в коническую колбу. Остаток в тигле и на фильтре промывают горячей водой (70—80 °С) до прекращения реакции последних порций фильтрата с раствором AgNO₃. Для этого небольшую порцию фильтрата помещают в пробирку, подкисляют 1—2 каплями азотной кислоты, прибавляют 1—2 капли раствора нитрата серебра и убеждаются в отсутствии осадка.

Полученный фильтрат количественно переносят в мерную колбу, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Пипеткой вводят 10 см³ раствора в титрационную ячейку, добавляют 15 см³ раствора индифферентного электролита, погружают генераторный и индикаторный электроды, титруют при силе тока 15 мА. Дальнейший ход анализа приведен в Лабораторной работе № 26.

Точку стехиометричности устанавливают по кривым титрования в координатах $E - \tau$ и $\frac{\Delta E}{\Delta \tau} - \tau$.

Содержание хлорида натрия в анализируемом сыре $[\omega, \%$ (мас.)] вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{0,01036 I \tau M f \cdot 100}{V m}, \quad (39)$$

где m — проба сыра, взятая на анализ, г; 100 — коэффициент перерасчета на 100 г продукта; остальные обозначения — см. формулу (32).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Составить уравнение реакции, на которой основано кулонометрическое определение хлорида натрия в сыре.
2. Объяснить цель применения вспомогательного электрода.
3. Указать погрешность (%) кулонометрического метода анализа.
4. Из 50 см³ хлеба готовят 500 см³ водного экстракта. На титрование 10 см³ экстракта затрачивают 1 мин. Рассчитать силу тока, при которой проводят титрование.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить возможность кулонометрического определения хлорида натрия в сыре с нефелометрической индикацией точки стехиометричности.
2. Разработать методику определения хлорида натрия в брынзе методом кулонометрического титрования.
3. Установить содержание хлорида натрия в сыре кулонометрическим методом с внешней генерацией вспомогательного реагента, результаты сопоставить с полученными в данной лабораторной работе.
4. Провести серию определений хлорида натрия в сыре методом кулонометрического титрования и пламенной фотометрии, сопоставить полученные результаты.
5. Определить хлорид натрия в сыре разных сортов, установить соответствие полученных данных техническим условиям.
6. Разработать методику определения хлорида натрия в сыре с уменьшенным расходом соли серебра.

Лабораторная работа № 34

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ФРУКТОВЫХ СОКАХ

Методика основана на окислении аскорбиновой кислоты (витамина С) электрохимически генерированным иодом до дегидроаскорбиновой кислоты.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Индифферентный электролит — 0,2 моль/дм³ раствор иодида калия в 0,1 моль/дм³ растворе серной кислоты.
2. Мерная колба вместимостью 100 см³.
3. Пипетки вместимостью 10 и 50 см³ — по 1 шт.
4. Таймер.
5. Кулонометрическая установка для титрования с потенциометрической индикацией точки стехиометричности.
6. Генераторный платиновый электрод — пластины размером 1 × 1 см.
7. Индикаторный платиновый электрод — пластины размером 1 × 1 см.
8. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
9. Хлоридсеребряный электрод сравнения.
10. Анализируемый фруктовый сок.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Анализируемый сок (50 см³) разбавляют в мерной колбе дистиллированной водой до метки и перемешивают. Пипеткой переносят 10 см³ раствора в титрационную ячейку, погружают генераторный и индикаторный электроды. Включают таймер и титруют при силе тока 20 мА. Дальнейший ход анализа приведен в Лабораторной работе № 26.

По результатам титрования строят графики в координатах $E - \tau$ и $\frac{\Delta E}{\Delta \tau} - \tau$, по графикам находят точку стехиометричности.

Массу аскорбиновой кислоты (m , мг) вычисляют по формуле

$$m = \frac{0,01036 I \tau M f V_{\kappa}}{V} \quad (40)$$

[обозначения — см. формулу (32)].

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Привести сравнительную характеристику прямой и косвенной кулонометрии.
2. Указать принципиальное отличие амперометрической кулонометрии от потенциометрической.
3. Перечислить основные блоки установки для кулонометрического титрования при постоянном потенциале и объяснить их назначение.
4. При анализе 1,5 г витаминного препарата аскорбиновой кислоты на электроде выделяется 0,02875 г серебра. Вычислить содержание аскорбиновой кислоты в препарате [% (мас.)].

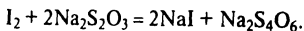
ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить аскорбиновую кислоту в соке методом кулонометрического титрования, заменив раствор иодида калия раствором бромида калия.
2. Определить аскорбиновую кислоту в соке с применением в качестве титранта ионов OH^- , электрохимически генерированных из воды во внешней ячейке; результаты сравнить с полученными в данной лабораторной работе.
3. Выполнить не менее 10 определений аскорбиновой кислоты в фруктовых соках, полученные результаты обработать методами математической статистики.
4. Провести серию определений аскорбиновой кислоты в фруктовых соках методами кулонометрического и амперометрического титрования, сопоставить полученные данные.
5. Разработать методику определения аскорбиновой кислоты в фруктовых соках с применением растворов брома и солей брома.
6. Определить аскорбиновую кислоту в различных фруктовых соках, исследовать изменение содержания кислоты при термической обработке соков.

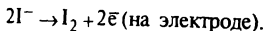
Лабораторная работа № 35 ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИННОГО АЗОТА В МЕЛАССЕ

Определение основано на способности аминокислот образовывать с ионами Cu^{2+} растворимые соединения, содержание которых находят методом иодометрического титрования. К слабощелочному раствору аминокислот добавляют избыток суспензии ортофосфата меди $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2$. Для отделения образующихся при этом растворимых соединений меди от нерастворимого ортофосфата раствор фильтруют. Фильтрат подкисляют уксусной кислотой, получается ацетат меди. При добавлении иодида калия образуется I_2 в

количестве, эквивалентном содержанию ионов Cu^{2+} , а следовательно, азота аминокислот. Иод оттитровывают раствором тиосульфата натрия:



Избыток тиосульфата натрия титруют иодом, электрохимически генерированным на платиновом аноде из вспомогательного реагента (иодида калия), при этом образуется иод:



НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Тиосульфат натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Гидроксид натрия, 1 моль/дм³ раствор.
3. Вспомогательный реагент — раствор иодида калия с концентрацией 10 % (мас.).
4. Ортофосфат меди, суспензия.
5. Крахмал, раствор с концентрацией 1 % (мас.).
6. Уксусная кислота ледяная.
7. Тимолфталейн: 0,25 г индикатора растворяют в 100 см³ этанола — раствора с содержанием $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 50 % (мас.).
8. Мерные колбы вместимостью 50 и 100 см³ — по 1 шт.
9. Пипетки вместимостью 1 см³ — 1 шт., 10 см³ — 4 шт.
10. Мерный цилиндр вместимостью 50 см³.
11. Воронка диаметром 6—8 см.
12. Складчатый фильтр.
13. Таймер.
14. Технические весы.
15. Кулонометрическая установка с визуальной индикацией точки стехиометричности.
16. Генераторный платиновый электрод.
17. Вспомогательный электрод — стальной стержень.
18. Анализируемая меласса.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу мелассы ($1 \pm 0,01$) г взвешивают на технических весах, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Помещают 10 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5—7 капель раствора тимолфталейна и подщелачивают раствором NaOH до бледно-синего окрашивания. Добавляют 30 см³ суспензии ортофосфата меди, доводят дистиллированной водой до метки и фильтруют через воронку со складчатым фильтром.

Пипеткой переносят 10 см³ фильтрата в титрационную ячейку, добавляют 0,5 см³ уксусной кислоты, по 10 см³ растворов иодида калия и тиосульфата натрия, 7 капель раствора крахмала. Включают таймер и титруют смесь при силе тока 15 мА до появления синей окраски. Предварительно проводят кулонометрическое титрование раствора тиосульфата натрия: 10 см³ раствора помещают в титрационную ячейку, приливают 10 см³ раствора иодида калия, 7 капель раствора крахмала, погружают в ячейку генераторный электрод, включают таймер и фиксируют время генерации. Массу меди (m , г) вычисляют по формуле

$$m = \frac{0,01036 I \tau M f V_k}{V} \quad (41)$$

[обозначения — см. формулу (32)].

Учитывая, что 1 атом меди реагирует с 2 молекулами аминокислот, образуя соединение типа $\text{Cu}(\text{PCNH}_2\text{COO})_2$, массу аминного азота (m_1 , мг) вычисляют по формуле

$$m_1 = 0,44m. \quad (42)$$

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Составить уравнения реакций, на которых основано определение аминного азота в мелассе.
2. Указать цель применения вспомогательного реагента при определении аминного азота в мелассе.
3. Объяснить назначение основных блоков установки для кулонометрического анализа при постоянном токе.
4. Из 50 г препарата лимонной кислоты готовят 200 см³ раствора. Рассчитать время (с), необходимое для титрования 15 см³ приготовленного раствора при силе тока 5 мА.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить азот в мелассе с применением электрогравиметрического кулонометра.
2. Разработать методику кулонометрического титрования фенола в водном растворе.
3. Изучить возможность определения азота в мелассе методом прямой кулонометрии.
4. Установить изменение содержания азота в мелассе при производстве сахара и в условиях длительного хранения продукта.
5. Разработать методику кулонометрического определения азота с заменой солей иода солями брома.
6. Разработать методику определения азота в патоке, изучить влияние кальция и магния на воспроизводимость получаемых ре-

Часть третья

КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА



Кондуктометрический метод анализа основан на измерении электрической проводимости (или сопротивления) раствора и подразделяется на прямую кондуктометрию и косвенную (кондуктометрическое титрование). В основе прямой кондуктометрии — установление концентрации электролита и электропроводности раствора. Кондуктометрическое титрование основано на химической реакции, сопровождающейся изменением электропроводности раствора. По изменению этого свойства раствора в зависимости от объема титранта устанавливают точку стехиометричности по резкому излому кривой в координатах: электрическая проводимость — объем титранта.

Установка для кондуктометрического титрования. Установка состоит из прибора Р-38, электролитической ячейки, магнитной мешалки и бюретки (рис. 8). Реохордный мост является уравновешенным мостом со ступенчато регулируемым плечом сравнения и плавно регулируемым отношением плеч. Мост позволяет измерять сопротивление растворов электролитов от 0,3 до 30 000 Ом. Погрешность не превышает 5 % для сопротивления растворов в интервале 0,3—30 Ом и не более 1,5 % при сопротивлении растворов 30—30 000 Ом.

Область показаний моста делится на пять диапазонов измерений в виде набора сопротивлений: 1, 10, 100, 1000 и 10 000 Ом.

Сборка установки. Включают мост в сеть (гнездо Л); шнур подсоединяют так, чтобы надпись «220» была хорошо видна. При включении моста загорается индикаторная лампа 2. Переключатель питания 3 ставят в положение «∞», переключатель плеча сравнения 4 — в положение «Установка нуля».

Через 1—2 мин устанавливают переключатель гальванометра 5 в положение «Точно» и вращением корректора 7 ставят стрелку гальванометра в нулевое положение. Переводят переключатель гальванометра 5 в положение «КВ», при этом переключатель питания 3 должен находиться в среднем положении. Вращением ручек 4 и 6 один-два раза в прямом и обратном направлениях очищают контакты. Включают электромагнитную мешалку 9 в сеть (220 В). На мешалке устанавливают ячейку 10 из плексигласа с платиновыми электродами, гибким проводом подсоединяют электроды к мосту, используя клеммы 8.

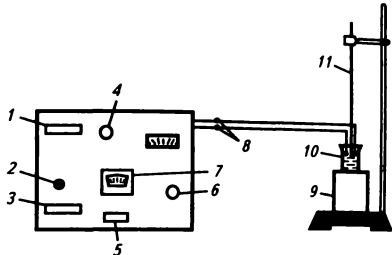


Рис. 8. Установка для кондуктометрического титрования:

1 — гнездо для включения моста в сеть переменного тока; 2 — индикаторная лампа; 3 — переключатель питания; 4 — переключатель сопротивления сравнительного плеча; 5 — переключатель гальванометра; 6 — ручка регулирования отношения плеч; 7 — корректор гальванометра; 8 — клеммы для подключения электролитической ячейки; 9 — электромагнитная мешалка; 10 — электролитическая ячейка; 11 — бюретка с раствором титранта

Порядок работы на установке для кондуктометрического титрования следующий.

1. Очищают поверхность платиновых электродов. Для этого в электролитическую ячейку помещают раствор HNO_3 (1 л) до полного погружения в него электродов, выдерживают их в растворе 2—3 мин, раствор сливают в склянку с азотной кислотой (но не в раковину). Ячейку тщательно промывают водопроводной водой, затем дистиллированной водой.

2. Заполняют бюретку раствором титранта, в ячейку помещают анализируемый раствор, добавляют дистиллированную воду до полного погружения в нее электродов. Включают магнитную мешалку и регулируют частоту ее вращения так, чтобы в растворе не образовывался глубокий воздушный конус.

3. Измеряют сопротивление раствора. При положении переключателя гальванометра 5 «Грубо» переводят переключатель питания 3 в положение « ∞ » и уравнивают мост вращением ручек плеча сравнения 4 и реохорда 6. Затем переводят переключатель гальванометра 5 в положение «Точно» и вращением ручек реохорда 6 окончательно уравнивают мост, т. е. устанавливают стрелку гальванометра в нулевое положение.

Электропроводность раствора рассчитывают по формуле $W = I/R$, где I — сила тока, а R — сопротивление раствора.

4. При перемешивании добавляют в ячейку раствор титранта из бюретки 11 порциями по $0,5 \text{ см}^3$, каждый раз записывают значение R . Измерение сопротивления после добавления каждой порции титранта повторяют 3 раза (для большей точности). Результаты записывают в таблицу:

Объем титранта, см ³	Сопротивление ячейки, Ом			Удельная электропроводность κ , Ом ⁻¹ см ⁻¹
	1	2	3	

По полученным данным строят кривые титрования в координатах: $\kappa - V$ (см³). По перегибу на кривой устанавливают точку стехиометричности.

5. Отключают электромагнитную мешалку. Переключатель питания 3 устанавливают в среднее положение, переключатель гальванометра 5 — в положение «КЗ». Ячейку с электродами тщательно промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

Расчет константы ячейки. Электролитическую ячейку заполняют 0,1 моль/дм³ раствором хлорида калия и измеряют электрическое сопротивление. Удельная электропроводность 0,1 моль/дм³ раствора хлорида калия κ составляет: при 18 °С — 0,0111636, при 20 °С — 0,0116393, при 25 °С — 0,0112852 Ом⁻¹ см⁻¹. Промежуточные значения находят методом интерполяции. Константу ячейки K рассчитывают по формуле

$$K = R_{\text{KCl}} \kappa_{\text{KCl}}, \quad (43)$$

где R_{KCl} — электрическое сопротивление раствора KCl, Ом; κ_{KCl} — удельная электропроводность раствора хлорида калия, Ом⁻¹ см⁻¹.

Удельную электропроводность анализируемого раствора вычисляют по формуле

$$\kappa = K/R_x, \quad (44)$$

где R_x — электрическое сопротивление анализируемого раствора, Ом.

Лабораторная работа № 36 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА В ВОДНОМ РАСТВОРЕ

Методика основана на титровании фенола, проявляющего свойства слабой кислоты ($K_i = 1,0 \cdot 10^{-10}$), раствором сильного основания. Это определение является примером кислотно-основного кондуктометрического титрования.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Мерная колба вместимостью 100 см³

4. Пипетка вместимостью 10 см³.
5. Установка для кондуктометрического титрования.
6. Анализируемый фенолсодержащий водный раствор.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Анализируемый водный раствор разбавляют в мерной колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают. В электролитическую ячейку пипеткой помещают 10 см³ раствора, приливают дистиллированную воду до полного погружения рабочей части электродов и титруют раствором NaOH при непрерывном перемешивании. После введения каждой порции титранта регистрируют показания прибора.

Строят кривую титрования в координатах: удельная электропроводность (или сопротивление) — объем раствора NaOH. По излому на кривой находят объем титранта в точке стехиометричности.

Массу фенола (m , мг) в анализируемом водном растворе вычисляют по формуле

$$m = Mc \cdot 10, \quad (45)$$

где M — молярная масса фенола, г/моль; c — концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³; V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³; 10 — кратность разбавления.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать свойство фенола, на котором основан кондуктометрический анализ фенолсодержащих вод.
2. Назвать величину, измеряемую на кондуктометре.
3. Перечислить факторы, от которых зависит вид кривой кондуктометрического титрования.
4. На титрование раствора безводной щавелевой кислоты затрачивают 6,75 см³ 0,1025 моль/дм³ раствора NaOH. Рассчитать массу (мг) щавелевой кислоты в анализируемом растворе.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику определения крезолов, применяемых при копчении колбасных изделий.
2. Изучить возможность титрования фенола в присутствии сильной кислоты.
3. Исследовать воспроизводимость результатов кондуктометрического титрования фенола в присутствии хлороводородной кислоты.

4. Разработать методику определения летучих фенолов в копильном дыме.

5. Определить фенол в копченых колбасах различных сортов.

6. Разработать состав органического растворителя для раздельного титрования фенола и крезолов.

Лабораторная работа № 37 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЯНТАРНОЙ КИСЛОТЫ В РАСТВОРЕ

Определение основано на кондуктометрическом титровании слабой янтарной кислоты (константа диссоциации кислоты по первой и второй ступеням равны ($K_1^I = 7,4 \cdot 10^{-5}$ и $K_1^{II} = 4,5 \cdot 10^{-6}$) раствором слабого основания.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид аммония, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Мерная колба вместимостью 100 см³.
4. Пипетка вместимостью 10 см³.
5. Установка для кондуктометрического титрования.
6. Анализируемый раствор янтарной кислоты.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Янтарная кислота — физиологически активное вещество, содержится во многих растениях.

Анализируемый раствор янтарной кислоты помещают в мерную колбу, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Пипеткой переносят 10 см³ раствора в электролитическую ячейку, доливают дистиллированную воду до полного погружения рабочей части электродов.

Титруют раствором гидроксида аммония при непрерывном перемешивании. После введения каждой порции титранта регистрируют показания прибора — удельную электропроводность α или сопротивление R . Строят кривую титрования в координатах α — $V_{\text{титр.}}$. По излому на кривой находят объем титранта, соответствующий точке стехиометричности.

Массу янтарной кислоты в анализируемом растворе (m , мг) рассчитывают по формуле

$$m = M c \cdot 10, \quad (46)$$

где M — молярная масса янтарной кислоты, г/моль; c — концентрация раствора гидроксида аммония, моль/дм³; V — объем раствора гидроксида аммония, израсходованный на титрование, см³; 10 — кратность разбавления.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

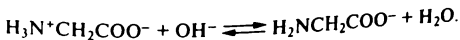
1. Оценить возможность кондуктометрического определения янтарной кислоты в неводной среде.
2. Перечислить преимущества кондуктометрического титрования по сравнению с другими титриметрическими методами.
3. Указать координаты кривой кондуктометрического титрования.
4. На титрование пробы, полученной из 3 г технического препарата лимонной кислоты, затрачивают 5,15 см³ 0,01 моль/дм³ раствора HCl. Найти содержание [% (мас.)] лимонной кислоты (молярная масса 192,13 г/моль) в анализируемом препарате.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Исследовать титрование янтарной кислоты в неводной среде, например в диметилформамиде, изопропанол, этаноле, ацетоне.
2. Провести не менее 10 определений янтарной кислоты в водных растворах, обработать полученные результаты методами математической статистики.
3. Исследовать влияние различных количеств сильной кислоты на определение янтарной кислоты.
4. Провести сравнительную характеристику кондуктометрического и потенциометрического определений янтарной кислоты в водном растворе.
5. Определить содержание янтарной кислоты во фруктовых соках различных тропических плодов.
6. Разработать методику отдельного определения янтарной и лимонной кислот.

Лабораторная работа № 38 ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИНОКИСЛОТ (ГЛИЦИНА, α -АЛАНИНА, ВАЛИНА, ЛЕЙЦИНА, СЕРИНА) В РАСТВОРЕ

Аминокислоты (глицин, α -аланин, валин, лейцин, серин) являются амфолитами, их определение основано на вытеснении слабых основных групп сильными основаниями. Например, для глицина (аминоуксусная кислота) взаимодействие со щелочью описывается уравнением



НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Химический стакан вместимостью 50 см³.
4. Установка для кондуктометрического титрования.
5. Анализируемые аминокислоты.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Аминокислоту растворяют в дистиллированной воде и помещают весь раствор в электролитическую ячейку. Титруют раствором NaOH при непрерывном перемешивании. После введения каждой порции титранта регистрируют показания прибора — сопротивление R или удельную электропроводность κ .

Строят кривую титрования в координатах $\kappa(R) - V_{\text{NaOH}}$. По излому на графике находят объем раствора щелочи в точке стехиометричности.

Массу аминокислоты (m , мг) в анализируемом водном растворе рассчитывают по формуле

$$m = McV, \quad (47)$$

где M — молярная масса аминокислоты, г/моль; c — концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³; V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Провести сравнительную характеристику прямой и косвенной кондуктометрии.
2. Указать параметры, влияющие на константу ячейки кондуктометра.
3. Перечислить электроды, применяемые в кондуктометрическом методе анализа.
4. На кондуктометрическое титрование 15 см³ раствора аминокислот затрачивают 4,62 см³ 0,0200 моль/дм³ раствора гидроксида натрия. Рассчитать суммарное содержание (ммоль) аминокислот в 1 дм³ раствора.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить титрование амфолитов сильными кислотами.
2. Сопоставить результаты кондуктометрического титрования амфолитов с электродами, изготовленными из разных металлов и

оказывающими различное влияние на величину поляризационного сопротивления.

3. Изучить кондуктометрическое титрование амфолитов в широком температурном интервале.

4. Исследовать титрование аминокислот сильными кислотами или сильными основаниями, экспериментально установить наиболее эффективный титрант.

5. Разработать методику суммарного определения аминокислот в белковом гидролизате.

6. Сравнить аналитические возможности кондуктометрического и потенциометрического титрования аминокислот.

Лабораторная работа № 39

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРОКСИДА НАТРИЯ И АНИЛИНА ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В РАСТВОРЕ

Методика основана на дифференциальном титровании смесей сильного и слабого оснований сильной кислотой. При этом сначала нейтрализуется сильное основание (гидроксид натрия), затем слабый электролит (анилин).

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Хлороводородная кислота, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Мерная колба вместимостью 100 см³.
4. Пипетка вместимостью 20 см³.
5. Установка для кондуктометрического титрования.
6. Анализируемая смесь гидроксида натрия и анилина.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Анализируемый раствор помещают в мерную колбу, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Пипеткой отбирают 20 см³ раствора в электролитическую ячейку, титруют хлороводородной кислотой, фиксируют показания прибора.

Строят кривую титрования в координатах $\alpha - V_{\text{НСl}}$. График имеет два излома: первый соответствует нейтрализации сильного основания (NaOH), второй — слабого (C₆H₅NH₂). По изломам на кривой титрования находят объемы хлороводородной кислоты в точках стехиометричности (V_1 и V_2).

Массу гидроксида натрия и анилина в анализируемом растворе (m , мг) рассчитывают по формулам

$$m_{\text{NaOH}} = M_{\text{NaOH}} c V_1 \cdot \frac{100}{20}; \quad (48)$$

$$m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2} = M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2} c (V_2 - V_1) \cdot \frac{100}{20}, \quad (49)$$

где M_{NaOH} и $M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2}$ — молярные массы гидроксида натрия и анилина соответственно, г/моль; c — концентрация раствора HCl, моль/дм³; V_1 и V_2 — объемы раствора титранта в первой и второй точках стехиометричности, см³; 100 — объем анализируемого раствора, см³; 20 — объем пробы, взятый для анализа, см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить объекты кондуктометрического метода анализа.
2. Указать факторы, влияющие на величину электропроводности раствора.
3. Что такое удельная электропроводность? Каковы единицы измерения удельной электропроводности?
4. Сопротивление раствора с удельной электропроводностью $1,288 \cdot 10^{-2} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ составляет $1,2 \cdot 10^3 \text{ Ом}$. Рассчитать константу ячейки для кондуктометрического титрования.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику прямого кондуктометрического определения анилина в присутствии гидроксида натрия.
2. Установить растворимость анилина в воде по электрической проводимости его растворов.
3. Разработать методику кондуктометрического титрования смеси гидроксида натрия и анилина в неводной среде.
4. Исследовать кинетику реакции анилина с хлороводородной кислотой.
5. Разработать методику определения анилина с предварительным экстракционным концентрированием.
6. Изучить раздельное определение толуидинов и гидроксида калия методом кондуктометрического титрования.

Лабораторная работа № 40 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ В ПЛОДОВО-ЯГОДНОМ СЫРЬЕ

Методика основана на экстрагировании из плодово-ягодного сырья лимонной кислоты и последующем титровании водного экстракта раствором гидроксида натрия.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Мерная колба вместимостью 500 см³.
4. Коническая колба вместимостью 500 см³.
5. Пипетка вместимостью 50 см³.
6. Воронка диаметром 5—8 см.
7. Фарфоровая чашка диаметром 12 см.
8. Складчатый фильтр.
9. Термостат.
10. Технические весы.
11. Установка для кондуктометрического титрования.
12. Анализируемое плодово-ягодное сырье (яблоко, вишня, слива, алыча).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В фарфоровой чашке взвешивают 50—100 г измельченного и отделенного от косточек анализируемого сырья. Пробу количественно переносят в мерную колбу. Остатки сока и мезги в чашке тщательно смывают дистиллированной водой в колбу, которую помещают в термостат на 2 ч и нагревают при температуре $(80 \pm 1)^\circ\text{C}$. Затем колбу охлаждают до комнатной температуры, раствор доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют. Пипеткой отбирают 50 см³ прозрачного фильтрата, помещают в электролитическую ячейку и при непрерывном перемешивании титруют раствором NaOH. После введения каждой порции титранта регистрируют показания прибора.

Строят кривую титрования в координатах $x - V_{\text{NaOH}}$. По излому на графике находят объем раствора NaOH, израсходованный на титрование лимонной кислоты.

Содержание лимонной кислоты в анализируемом сырье $[\omega, \%$ (мас.)] вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{V_1 \cdot 0,007 \cdot 100}{V_2 m} = \frac{350V_1}{V_2 m}, \quad (50)$$

где V — объем колбы, см³; V_1 — объем раствора NaOH, пошедший на титрование, см³; V_2 — объем фильтрата, взятый для титрования, см³; m — масса пробы анализируемого сырья, г; 0,007 — титр раствора NaOH по лимонной кислоте, г/см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить, что такое эквивалентная электропроводность.
2. Перечислить условия кондуктометрического титрования двух кислот при их совместном присутствии в растворе.

3. Указать основную характеристику кондуктометрической ячейки.

4. На кондуктометрическое титрование муравьиной кислоты затрачивают $8,4 \text{ см}^3$ $0,0550$ моль/ дм^3 раствора NaOH. Рассчитать массу (мг) муравьиной кислоты в титруемом растворе.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Рассчитать константу ионизации лимонной кислоты по результатам кондуктометрического титрования.

2. Построить кривую хронокондуктометрического титрования лимонной кислоты раствором гидроксида натрия и сравнить результаты с данными, полученными при кондуктометрическом титровании.

3. Исследовать влияние индифферентных солей на кондуктометрическое титрование лимонной кислоты.

4. Разработать методику титрования лимонной кислоты с применением в качестве титранта раствора хлорида бария.

5. Изучить влияние глюкозы, фруктозы и сахарозы на определение лимонной кислоты в плодово-ягодных соках.

6. Определить содержание лимонной кислоты в соках тропических и субтропических культур.

7. Исследовать изменение содержания лимонной кислоты в соках при длительной термообработке.

Лабораторная работа № 41 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ЯИЧНОГО ПОРОШКА

Методика основана на кондуктометрическом титровании водного раствора яичного порошка раствором щелочи.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, $0,01$ моль/ дм^3 раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см^3
3. Мерная колба вместимостью 250 см^3 с шлифованной пробкой.
4. Пипетка вместимостью 20 см^3 .
5. Фарфоровая ступка с пестиком.
6. Таймер.
7. Вибросмеситель.
8. Аналитические весы.
9. Установка для кондуктометрического титрования.
10. Анализируемый яичный порошок.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу яичного порошка ($5 \pm 0,0002$) г растирают в ступке с небольшим объемом дистиллированной воды в течение 3—5 мин, количественно переносят в мерную колбу и доводят водой до метки. Колбу закрывают пробкой и экстрагируют 25—30 мин на виброресмесителе. В ячейку для титрования пипеткой переносят 20 см^3 экстракта, приливают 20 см^3 дистиллированной воды и при непрерывном перемешивании титруют раствором NaOH. После введения каждой порции титранта регистрируют показания прибора.

Строят кривую титрования в координатах: удельная электропроводность (или сопротивление) — объем раствора NaOH. По излому на графике находят объем раствора NaOH в точке стехиометричности.

Кислотность яичного порошка (К, г) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1 \cdot 250 \cdot 100}{mV \cdot 10}, \quad (51)$$

где V_1 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см^3 ; V — объем экстракта, взятый для титрования, см^3 ; m — масса пробы анализируемого продукта, г; 250 — объем мерной колбы, см^3 ; 100 — коэффициент пересчета на 100 г продукта; 10 — коэффициент пересчета концентрации раствора гидроксида натрия с $0,01 \text{ моль/дм}^3$ на $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать причину ограниченного применения кондуктометрического метода в анализе пищевых продуктов.

2. Возможно ли кондуктометрическое титрование смеси компонентов без предварительного разделения?

3. Перечислить типы химических реакций, применяемых в кондуктометрическом методе.

4. Рассчитать степень ионизации уксусной кислоты в $0,01 \text{ моль/дм}^3$ растворе при удельной электропроводности раствора $1,6 \cdot 10^{-4} \text{ Ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить прямое кондуктометрическое определение кислотности яичного порошка и сравнить результаты с данными, полученными при кондуктометрическом титровании.

2. Изучить возможность хронокондуктометрического определения кислотности яичного порошка с применением автотитратора.

3. Разработать методику определения кислотности яичного порошка методом высокочастотного титрования.

4. Исследовать зависимость электропроводности водного экстракта от кислотности яичного порошка.

5. Изучить изменение кислотности яичного порошка при длительном хранении продукта.

6. Разработать методику ускоренного полуколичественного определения кислотности яичного порошка.

Лабораторная работа № 42

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИОКСИДА СЕРЫ В МЕЛАССЕ

Определение основано на взаимодействии сульфатов с ортофосфорной кислотой с образованием сернистой кислоты, которую окисляют иодом до серной кислоты. Объем раствора иода, затраченный на реакцию, устанавливают при кондуктометрическом титровании раствором тиосульфата натрия, затем вычисляют содержание диоксида серы в анализируемой мелассе.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Иод, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Тиосульфат натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
3. Ортофосфорная кислота, раствор с концентрацией 25 % (мас.).
4. Бюретка вместимостью 25 см³.
5. Мерный цилиндр вместимостью 25 см³.
6. Перегонная колба вместимостью 300 см³ с каучуковой пробкой.
7. Приемная колба вместимостью 200 см³.
8. Капающая воронка.
9. Холодильник.
10. Технические весы.
11. Установка для кондуктометрического титрования.
12. Анализируемая меласса.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В перегонную колбу 1 (рис. 9) помещают пробу мелассы (20 г), добавляют 250—300 см³ дистиллированной воды, закрывают каучуковой пробкой и собирают прибор для перегонки. В приемную колбу 2 мерным цилиндром отбирают 25 см³ раствора иода и помещают колбу в холодную воду. В перегонную колбу через капающую воронку 4 вводят 15 см³ раствора ортофосфорной кислоты, присоединяют холодильник 3. Перегонку продолжают до тех пор, пока половина жидкости не будет отогнана, после прекращения выделения пузырьков газа прибор

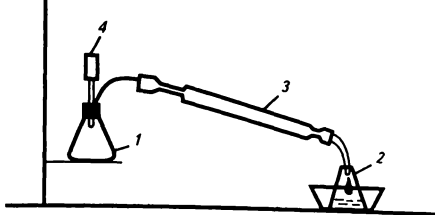


Рис. 9. Прибор для перегонки при определении диоксида серы в мелассе:

1 — перегонная колба; 2 — приемная колба; 3 — холодильник; 4 — капаящая воронка

разбирают. Содержимое приемной колбы помещают в электролитическую ячейку, и избыток иода титруют раствором тиосульфата натрия.

По полученным данным строят график в координатах $x - V$; по графику находят объем титранта в точке стехиометричности.

Содержание диоксида серы в мелассе $[\omega, \% (\text{мас.})]$ рассчитывают по формуле

$$\omega = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0032 \cdot 100}{m}, \quad (52)$$

где V_1 — объем раствора иода в приемной колбе, см^3 ; V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование избытка иода, см^3 ; m — масса навески мелассы, г; 0,0032 — титр раствора иода по SO_2 , г/см^3 .

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Что такое эквивалентная электропроводность? Какова ее размерность?

2. Объяснить методику установления константы кондуктометрической ячейки.

3. Указать причину искажения результатов кондуктометрических измерений в присутствии примесей в анализируемом растворе.

4. Рассчитать эквивалентную электропроводность 10^{-4} моль/ дм^3 раствора муравьиной кислоты при его удельной электропроводности $6,4 \cdot 10^{-3} \text{ Ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Провести не менее 10 определений диоксида серы в мелассе, обработать полученные результаты методами математической статистики.

2. Изучить кинетику процесса окисления сернистой кислоты раствором иода.
3. Исследовать изменения содержания диоксида серы в мелассе при ее нагревании или длительном хранении.
4. Разработать методику ускоренного определения диоксида серы в сиропе, мелассе, патоке.

Лабораторная работа № 43

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКТИВНОГО ХЛОРА В ДЕЗИНФИЦИРУЮЩЕМ СРЕДСТВЕ

Методика основана на взаимодействии хлора с иодидом калия, сопровождающемся образованием эквивалентного количества иода. Иод определяют кондуктометрическим титрованием раствором тиосульфата натрия.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Иодид калия, раствор с концентрацией 10 % (мас.).
2. Тиосульфат натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
3. Серная кислота, раствор с концентрацией 25 % (мас.).
4. Бюретка вместимостью 25 см³.
5. Мерная колба вместимостью 100 см³.
6. Пипетки вместимостью 2 и 10 см³ — по 1 шт.
7. Фарфоровая ступка с пестиком.
8. Часовое стекло.
9. Технические весы.
10. Установка для кондуктометрического титрования.
11. Анализируемое хлорсодержащее дезинфицирующее средство.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу дезинфицирующего средства (3 г) растирают в ступке, добавляют небольшие порции дистиллированной воды, пока все комки не исчезнут. Затем смесь количественно переносят в мерную колбу, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают до получения однородной массы. Пипеткой отбирают 10 см³ полученной суспензии и переносят в электролитическую ячейку. Добавляют 10 см³ раствора иодида калия и 1,5 см³ серной кислоты. Ячейку закрывают часовым стеклом и оставляют в темном месте на 5—10 мин, затем помещают ее в кондуктометрическую установку и титруют образующийся иод раствором тиосульфата натрия.

Строят кривую титрования в координатах $x - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$. По изменению на графике находят объем раствора тиосульфата натрия, потребленный на титрование.

Содержание активного хлора в анализируемом препарате (%) (мас.) вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{0,00355 \cdot 100V \cdot 100K}{m \cdot 10}, \quad (53)$$

где 0,00355 — количество хлора, соответствующее 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, г/моль; 100 — вместимость мерной колбы, см³; V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³; 100 — коэффициент пересчета результатов в проценты; K — поправка на титр раствора тиосульфата натрия; m — масса пробы анализируемого препарата, г; 10 — объем раствора, взятый для титрования, см³

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать размерности удельной и эквивалентной электропроводности.
2. Составить уравнения реакций, на которых основано определение активного хлора.
3. Объяснить влияние концентрации анализируемого раствора на эквивалентную электропроводность.
4. При кондуктометрическом титровании смеси гидроксидов натрия и аммония до первой точки стехиометричности расходуют 9 см³ 0,1050 моль/дм³ раствора HCl, до второй — 16 см³. Рассчитать массу (мг) NaOH и NH₄OH в анализируемом растворе.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить влияние pH раствора на определение активного хлора.
2. Исследовать температурную зависимость результатов определения активного хлора в различных дезинфицирующих средствах.
3. Разработать методику прямого кондуктометрического определения активного хлора в хлорамине.
4. Провести не менее 10—15 определений активного хлора в хлорамине и хлорной извести, установить препарат с наибольшим содержанием активного хлора.
5. Изучить влияние хлоридов натрия и магния на определение активного хлора методом кондуктометрического титрования.
6. Разработать методику определения активного хлора в хлорамине по измерению электропроводности растворов.

Лабораторная работа № 44 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В МЕЛАССЕ

Методика основана на способности комплексона III (H_2Na_2R) образовывать в щелочной среде прочное внутриклеточное соединение — комплексонат кальция. Определение кальция в мелассе возможно в присутствии не более 25 мг магния в титруемом растворе.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Комплексон III, 0,05 моль/дм³ раствор.
2. Гидроксид натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
3. Бюретка вместимостью 25 см³.
4. Мерные цилиндры вместимостью 5 и 50 см³ — по 1 шт.
5. Технические весы.
6. Установка для кондуктометрического титрования.
7. Анализируемая меласса.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Пробу мелассы (0,5—0,8 г) помещают в электролитическую ячейку, добавляют 50 см³ дистиллированной воды и 5 см³ раствора NaOH. Титруют раствором комплексона III при непрерывном перемешивании. Строят кривую титрования в координатах $\alpha - V_{H_2Na_2R}$. По излому на графике находят объем раствора комплексона III в точке стехиометричности.

Содержание кальция в мелассе [ω , % (мас.)] в пересчете на CaO вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{V \cdot 1,3992 \cdot 1 \cdot 100}{1000m}, \quad (54)$$

где V — объем раствора комплексона III, пошедший на титрование, см³; 1,3992 — коэффициент пересчета содержания кальция в CaO ($M_{CaO} : M_{Ca^{2+}} = 56,08 : 40,08 = 1,3992$); 1 — титр раствора комплексона III по кальцию, г/см³; 100 — коэффициент пересчета результатов в проценты; 1000 — коэффициент пересчета содержания кальция из миллиграммов в граммы; m — масса пробы мелассы, г.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Назвать раствор, применяемый для установления константы ячейки.
2. Составить схему установки для кондуктометрических измерений.

3. Какой вид имеет кривая кондуктометрического титрования слабой кислоты сильным основанием?
4. Рассчитать эквивалентную электропроводность раствора уксусной кислоты при бесконечном разбавлении.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Исследовать влияние магния на погрешность определения кальция в мелассе.
2. Разработать методику осадительного кондуктометрического титрования кальция в мелассе, применяя в качестве титранта щавелевую кислоту. Сопоставить полученные данные с результатами комплексометрического титрования с кондуктометрической индикацией точки стехиометричности.
3. Изучить кондуктометрическое определение кальция в мелассе методом добавок.
4. Исследовать влияние щелочных металлов на относительную погрешность определения кальция в мелассе.
5. Провести сравнительное определение кальция в мелассе методами кондуктометрического и комплексометрического титрования.
6. Разработать методику ускоренного определения кальция в мелассе методом прямой кондуктометрии.

Лабораторная работа № 45 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Методика основана на образовании комплексонатов кальция и магния при взаимодействии соответствующих катионов с комплексоном III. Это пример комплексометрического титрования с кондуктометрической индикацией точки стехиометричности. Титрование проводят в среде аммонийного буферного раствора ($\text{pH} \approx 10$). Определению не мешают ионы Al^{3+} , если их концентрация не превышает 20 мг/дм^3 , и ионы Fe^{3+} при концентрации не более 100 мг/дм^3 .

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Комплексон III, $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствор.
2. Аммонийный буферный раствор.
3. Бюретка вместимостью 25 см^3 .
4. Пипетки вместимостью 1 и 10 см^3 — по 1 шт.
5. Установка для кондуктометрического титрования.
6. Анализируемая вода.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В электролитическую ячейку пипеткой вводят от 2 до 10 см³ воды (объем водной пробы зависит от предполагаемой жесткости воды), добавляют 0,5 см³ аммонийного буферного раствора и дистиллированную воду до объема 50 см³. Буферный раствор приливают после добавления некоторого количества воды, иначе в воде с высоким содержанием магния выпадает осадок (гидроксид магния). Полученный раствор помещают в электролитическую ячейку и титруют раствором комплексона III.

Строят кривую титрования в координатах $\alpha - V_{\text{H}_2\text{Na}_2\text{R}}$. По излому на графике находят объем раствора комплексона III, пошедший на титрование.

Общую жесткость воды (Ж, моль/дм³) рассчитывают по формуле

$$\text{Ж} = \frac{0,05V_1K}{V_2} = \frac{50V_1K}{V_2}, \quad (55)$$

где V_1 — объем раствора комплексона III, израсходованный на титрование, см³; K — поправочный коэффициент для 0,05 моль/дм³ раствора комплексона III; V_2 — объем взятой для анализа воды, см³

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Указать факторы, обуславливающие общую жесткость воды, и единицы измерения жесткости.
2. Объяснить взаимосвязь удельной и эквивалентной электропроводности.
3. Что такое подвижность ионов?
4. Эквивалентная электропроводность 0,001 моль/дм³ раствора хлорида калия равна 128,8 Ом⁻¹ см²/моль. Рассчитать удельную электропроводность.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику кондуктометрического определения временной жесткости воды.
2. Сопоставить статистически обработанные результаты комплексонометрического определения жесткости воды при титровании с индикатором и при кондуктометрической индикации точки стехиометричности.
3. Изучить влияние pH на кондуктометрическое определение общей жесткости воды.
4. Разработать методику определения временной и постоянной жесткости воды методом кондуктометрического титрования.

Лабораторная работа № 46

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИДА НАТРИЯ В ФЕРМЕНТНОМ ПРЕПАРАТЕ

Методика основана на титровании экстракта ферментного препарата, содержащего хлорид натрия, раствором нитрата серебра. Это пример осадительного кондуктометрического титрования.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Нитрат серебра, 0,1 моль/дм³ раствор.
2. Бюретка вместимостью 25 см³.
3. Мерная колба вместимостью 100 см³.
4. Пипетка вместимостью 10 см³.
5. Аналитические весы.
6. Установка для кондуктометрического титрования.
7. Анализируемый ферментный препарат.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Взятую на аналитических весах пробу ферментного препарата ($1 \pm 0,0002$) г помещают в сухую мерную колбу, добавляют дистиллированную воду до метки, перемешивают, 10 см³ приготовленного раствора переносят пипеткой в электролитическую ячейку и титруют раствором нитрата серебра. После введения каждой порции титранта регистрируют показания прибора.

Строят кривую титрования в координатах $\alpha - V_{\text{AgNO}_3}$. По излому на графике находят объем титранта в точке стехиометричности.

Массу (m , мг) хлорида натрия во взятой пробе рассчитывают по формуле

$$m = McV, \quad (56)$$

где M — молярная масса хлорида натрия, г/моль; c — концентрация раствора нитрата серебра, моль/дм³; V — объем раствора нитрата серебра, пошедший на титрование, см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Составить уравнение реакции, применяемой для кондуктометрического определения хлорида натрия в ферментном препарате.

2. Объяснить, почему при титровании сильной кислоты сильным основанием удельная электропроводность снижается до точки стехиометричности и затем возрастает.

3. Перечислить ионы с минимальной подвижностью.

4. На кондуктометрическое титрование 15 см^3 раствора NaCl затрачивают $12,5 \text{ см}^3$ $0,02 \text{ моль/дм}^3$ раствора нитрата серебра. Рассчитать массу (мг) хлорида натрия в 100 см^3 раствора.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Провести кондуктометрическое титрование ферментного препарата методами Мора и Фольгарда, сопоставить полученные результаты.

2. Разработать методику кондуктометрического определения хлорида натрия в ферментном препарате методом добавок.

3. Изучить влияние pH анализируемого раствора на определение хлорида натрия.

4. Разработать методику ускоренного определения хлорида натрия, предусматривающую снижение расхода соли серебра.

5. Определить хлорид натрия в ферментных препаратах методами кондуктометрии и пламенной фотометрии, сопоставить полученные результаты.

6. Установить предел обнаружения и оценить правильность определения хлорида натрия в ферментных препаратах.

Лабораторная работа № 47

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ В РАСТВОРЕ

Определение основано на зависимости электропроводности раствора от его концентрации. Содержание кислоты определяют косвенным кондуктометрическим методом с применением платиновых электродов.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Гидроксид натрия, $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствор.

2. Хлорид калия, $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствор.

3. Хлороводородная кислота, $0,1 \text{ моль/дм}^3$ стандартный раствор.

4. Метилловый оранжевый, раствор с концентрацией 0,1 % (мас.).
5. Бюретка вместимостью 25 см³.
6. Пипетка Мора вместимостью 10 см³.
7. Колба для титрования вместимостью 100 см³.
8. Мерный цилиндр вместимостью 50 см³.
9. Магнитная мешалка.
10. Кондуктометр.
11. Система платиновых электродов.
12. Кондуктометрическая ячейка вместимостью 50 см³.
13. Анализируемый раствор серной кислоты.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для расчета удельной электропроводности необходимо знать константу ячейки (K , см⁻¹), которая связана с измеряемой величиной формулой

$$\kappa = K/R.$$

Константу ячейки вычисляют по удельной электропроводности 0,1 моль/дм³ стандартного раствора KCl при 20 °С, для которого κ рассчитывают с высокой точностью: $\kappa_{\text{KCl}} = 0,0116393 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$. Для измерения сопротивления раствора KCl ячейку 2—3 раза ополаскивают раствором KCl, затем мерным цилиндром отбирают в ячейку 20 см³ раствора. Помещают в раствор платиновые электроды и измеряют сопротивление раствора R_1 . Повторяют измерение с новой порцией раствора KCl и записывают значение R_2 . Рассчитывают среднее сопротивление R_{KCl} и константу ячейки по формулам

$$R_{\text{KCl}} = (R_1 + R_2) / 2, \quad (57)$$

$$K = \kappa_{\text{KCl}} R_{\text{KCl}}. \quad (58)$$

Для установления титра раствора NaOH в колбу для титрования пипеткой отбирают 10 см³ стандартного раствора HCl, добавляют несколько капель метилового оранжевого и титруют раствором NaOH до изменения окраски. Титрование повторяют 2—3 раза, рассчитывают средний объем титранта, затраченный на титрование, вычисляют концентрацию и титр раствора NaOH.

Анализируемый раствор серной кислоты пипеткой помещают в ячейку, мерным цилиндром добавляют дистиллированную воду, доводят объем раствора до 20 см³. Включают магнитную мешалку, титрант добавляют порциями по 0,5 см³, после добавления каждой порции измеряют сопротивление раствора. Для каждой точки рассчитывают удельную электропроводность.

По полученным данным строят кривую титрования $\alpha = f(V)$ и находят точку стехиометричности. Массу сульфатов (m , мг) рассчитывают по закону эквивалентов:

$$m = VcM/2, \quad (59)$$

где V — объем титранта, пошедший на титрование, см^3 ; c — концентрация титранта, моль/дм^3 ; M — молярная масса серной кислоты, г/моль ; $1/2$ — фактор эквивалентности серной кислоты.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить вещества, определение которых возможно кондуктометрическим методом.
2. Указать цель установления константы кондуктометрической ячейки.
3. Какую электропроводность измеряют для построения кривой кондуктометрического титрования?
4. На титрование раствора серной кислоты затрачивают $18,5 \text{ см}^3$ $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Рассчитать массу (мг) серной кислоты в анализируемом растворе.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику определения серной кислоты с применением кондуктометрического титрования раствором нитрата свинца.
2. Разработать методику определения серной кислоты методами добавок и построения градуировочного графика.
3. Изучить зависимость между электропроводностью раствора и концентрацией серной кислоты.
4. Разработать методику определения сульфатов в природных и минеральных водах.
5. Исследовать влияние хлоридов, нитратов, карбонатов и фосфатов на правильность и воспроизводимость результатов определения серной кислоты в растворе.
6. Изучить возможность применения приведенной в данной лабораторной работе методики для определения сульфатов в прозрачных напитках, березовом соке, питьевой воде, минеральных водах слабой минерализации.

Лабораторная работа № 48 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ В САХАРЕ И МЕЛАССЕ

Сахар и меласса применяются как сырье в кондитерском, хлебопекарном, спиртовом, ликеро-водочном и других пищевых производствах. Качество белого сахара обусловлено содержанием сахарозы и несахаров.

Сахароза — неэлектролит, не проводит электрический ток. Электропроводность сахарных растворов зависит от присутствия в них солей. С повышением содержания минеральных нес сахаров, растворимых в воде, электропроводность сахарного раствора увеличивается.

Пересчет электропроводности раствора на содержание золы основан тем, что сахароза, повышая вязкость раствора, снижает его электропроводность. Поэтому для каждого продукта сахарного производства известен индивидуальный коэффициент пересчета для определения золы, который зависит от концентрации сахарозы в данном продукте.

Методом кондуктометрии возможно быстрое определение качества белого сахара, мелассы и других продуктов сахарного производства по содержанию в них золы.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Хлорид калия, 0,1 моль/дм³ стандартный раствор.
2. Мерная колба вместимостью 100 см³
3. Пипетка Мора вместимостью 20 см³.
4. Химический стакан вместимостью 50 см³.
5. Мерный цилиндр вместимостью 50 см³.
6. Технические весы
7. Кондуктометр.
8. Система платиновых электродов.
9. Анализируемый продукт (сахар, меласса).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Предварительно устанавливают константу ячейки K (см. Лабораторную работу № 47).

Для определения золы в белом сахаре навеску сахара массой $(25 \pm 0,01)$ г количественно переносят в мерную колбу, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Пипеткой помещают 20 см³ приготовленного раствора в кондуктометрическую ячейку и измеряют сопротивление раствора (R). Удельную электропроводность раствора α и содержание золы в сахаре $[\omega, \% \text{ (мас.)}]$ рассчитывают по формулам

$$\alpha = K/R; \quad (60)$$

$$\omega = 620\alpha, \quad (61)$$

где 620 — коэффициент пересчета для определения золы в сахаре.

Для определения золы в мелассе навеску мелассы массой $(1,35 \pm 0,01)$ г количественно переносят в мерную колбу, растворя-

ют в дистиллированной воде и доводят до метки водой, перемешивают. Пипеткой помещают 20 см^3 приготовленного раствора в ячейку и измеряют сопротивление. Рассчитывают удельную электропроводность раствора мелассы. Содержание золы в мелассе $[\omega, \% (\text{мас.})]$ вычисляют по формуле

$$\omega = 6400x, \quad (62)$$

где 6400 — коэффициент пересчета для определения золы в мелассе.

После окончания работы электроды тщательно промывают дистиллированной водой до полного удаления сахарозы с их поверхности.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Привести сравнительную характеристику прямой и косвенной кондуктометрии.
2. Указать преимущество высокочастотного титрования перед кондуктометрическим.
3. Перечислить факторы, влияющие на вид кривой кондуктометрического титрования.
4. Сопротивление анализируемого раствора $32,16 \text{ Ом}$, константа ячейки $0,4 \text{ см}^{-1}$, коэффициент пересчета для определения золы в мелассе 6400. Рассчитать содержание золы в мелассе $[\% (\text{мас.})]$.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Сопоставить результаты определения золы в мелассе гравиметрическим и кондуктометрическим методами.
2. Экспериментально установить и вычислить точное значение коэффициента взаимосвязи удельной электропроводности мелассы или сахара и содержания в них золы, $[\% (\text{мас.})]$.
3. Исследовать влияние концентрации сахарозы на удельную электропроводность мелассы.
4. Разработать упрощенную и экспрессную методики определения содержания золы в мелассе.
5. Изучить состав золы, полученной из мелассы.
6. Разработать методику определения золы в сахарных сиропах и сгущенных концентратах на основе глюкозы и фруктозы (искусственный мед).

Часть четвертая

АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА



Амперометрический метод анализа основан на измерении диффузионного тока между индикаторным электродом и электродом сравнения, ток изменяется в процессе титрования. При выбранном потенциале предельный диффузионный ток пропорционален концентрации раствора:

$$I_d = Kc, \quad (63)$$

где I_d — предельный диффузионный ток, мкА; K — константа; c — концентрация титруемого раствора, моль/дм³.

К индикаторному микроэлектроду, помещенному в ячейку с анализируемым раствором, прикладывают потенциал, соответствующий потенциалу предельного тока восстановления электроактивного иона, гальванометр фиксирует определенную силу тока. При последующем добавлении в ячейку реактива, способного связывать определяемое вещество в малорастворимое соединение или прочный комплекс, полярографически неактивные при выбранном потенциале электрода, сила предельного тока уменьшается. При практически полном удалении определяемого иона предельный ток остается на постоянном уровне.

Процесс описывается кривой амперометрического титрования в координатах: сила тока — объем титранта. По излому на кривой устанавливают точку стехиометричности.

В методе амперометрического титрования применимы реакции осаждения, комплексообразования, окисления-восстановления. В зависимости от характера реакции, протекающей при титровании, а также от природы вещества, окисляемого или восстанавливаемого на индикаторном электроде при потенциале титрования, получают различные виды кривых амперометрического титрования (рис. 10):

1) при заданном потенциале поляризации определяемый ион восстанавливается или окисляется, реагент (титрант) индифферентен (рис. 10, а);

2) определяемый ион индифферентен, восстанавливается или окисляется на электроде титрант (рис. 10, б);

3) восстанавливаются или окисляются и определяемый ион, и реагент (рис. 10, в);

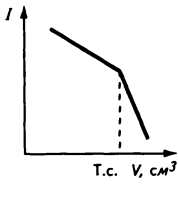
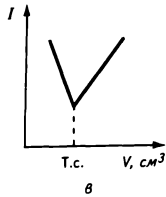
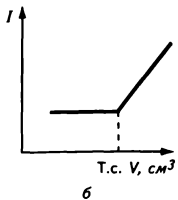
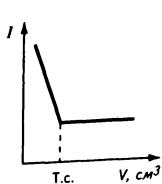


Рис. 10. Некоторые виды кривых амперометрического титрования.
Пояснения в тексте

4) при заданном на микроэлектроде потенциале определяемый ион окисляется, реагент восстанавливается (рис. 10, з).

На кривой амперометрического титрования вблизи точки стехиометричности (Т. с.) вместо резкого излома может наблюдаться плавный переход от одного линейного участка к другому (рис. 11). Одна из причин этого явления — разбавление раствора по мере прибавления титранта. Для устранения «размывания» кривой титрования вблизи точки стехиометричности корректируют ток, регистрируемый при добавлении каждой порции титранта. Чтобы не усложнять титрование, необходимо соблюдать условие: концентрация раствора титранта на порядок должна превосходить концентрацию титруемого раствора. Причинами искажения кривых титрования являются также заметная растворимость выпадающего при титровании осадка или недостаточная устойчивость образующегося комплексного соединения. Эти явления устраняются подбором соответствующих условий титрования. Если кривая амперометрического титрования «размыта» вблизи точки стехиометричности, то эту точку находят по пересечению линейных участков графика.

Амперометрические определения всегда проводят в присутствии постороннего электролита, который вводят для уменьшения миграционных токов. Электролиты, применяемые в качестве фона при титровании, не должны приводить к электродной реак-

ции при потенциале титрования и химически взаимодействовать с реагентом. Концентрация фонового электролита обычно составляет 0,1–1,0 моль/дм³, при этом поддерживают необходимую ионную силу раствора. Это обстоятельство необходимо учитывать при определениях в присутствии большого количества посторонних веществ.

Рабочий потенциал микроэлектрода выбирают по вольт-амперной кривой. Последовательно помещают в электролитическую ячейку фоновый электролит, 0,2–0,3 см³ раствора титранта и определяемого вещества, погружают индикаторный электрод 1 (рис. 12), электрод сравнения 3 и вспомогательный электрод 2 с большой площадью поверхности. Изменяя ток в цепи с вспомогательным и индикаторным электродами, измеряют потенциал индикаторного электрода относительно электрода сравнения. По полученным данным строят вольт-амперную кривую в координатах: сила тока — потенциал (рис. 13).

По вольт-амперной кривой выбирают потенциал индикаторного электрода ($E_{и.э.}$) так, чтобы он находился в пределах площадки предельного диффузионного тока.

Основным достоинством метода амперометрического титрования является высокая избирательность. Путем подбора потенциала индикаторного электрода достигаются условия, при которых в электрохимической реакции участвует только одно вещество из многокомпонентной смеси. Нижние пределы определяемых концентраций $\approx 10^{-6}$ моль/дм³. Метод прост, не требует сложной и дорогостоящей аппаратуры.

Установка для амперометрического титрования. При амперометрическом титровании применяют полярографические установки, включающие индикаторный электрод и электрод сравнения.

К индикаторным электродам относятся ртутный капающий электрод, вращающиеся платиновые или графитовые электроды различных конструкций. Электроды сравнения — каломельный,

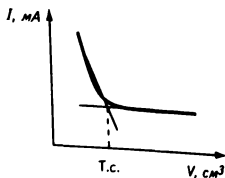


Рис. 11. Кривая амперометрического титрования, построенная без учета разбавления раствора

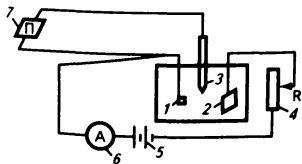


Рис. 12. Схема для измерения зависимости потенциала от силы тока:

1 — индикаторный электрод; 2 — вспомогательный электрод; 3 — электрод сравнения; 4 — реостат; 5 — источник постоянного тока; 6 — амперметр; 7 — высокоомный потенциометр

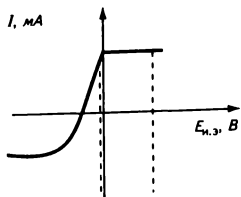


Рис. 13. Вольт-амперная кривая

хлоридсеребряный или слой ртути на дне электролитической ячейки. При биамперметрическом титровании применяются два одинаковых, например платиновых, электрода в виде проволоки или пластинки.

В упрощенном варианте установка для амперметрического титрования включает два электрода — вращающийся платиновый (индикаторный) и хлоридсеребряный (электрод сравнения). Хлоридсеребряный электрод изготавливают из серебряной проволоки, которую путем анодной обработки в растворе хлороводородной кислоты покрывают тонким слоем хлорида серебра. Приготовленную таким способом проволоку хранят в насыщенном растворе хлорида калия.

Потенциал хлоридсеребряного электрода является линейной функцией логарифма активности ионов Cl^- в растворе. Концентрация ионов Cl^- в насыщенном растворе хлорида калия постоянна, поэтому растворимость хлорида серебра в таком растворе — величина постоянная. Следовательно, потенциал хлоридсеребряного электрода устойчив, что позволяет применять его как электрод сравнения. Индикаторные платиновые электроды могут быть стационарными или вращающимися с постоянной скоростью.

В качестве измерительного прибора применяют микроамперметр с чувствительностью 10^{-7} А. Цепь, состоящая из конденсатора и сопротивления, гасит случайные изменения тока. Схема установки приведена на рис. 14.

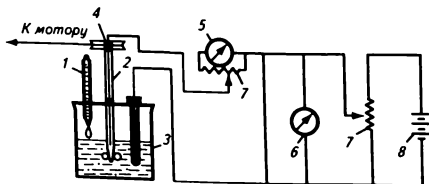


Рис. 14. Схема установки для амперметрического титрования:

1 — микробюретка; 2 — вращающийся платиновый электрод; 3 — хлоридсеребряный электрод сравнения; 4 — шкив и передача к мотору, вращающему платиновый индикаторный электрод; 5 — миллиамперметр, 6 — вольтметр, 7 — реостат, 8 — источник тока

Порядок работы на установке для амперометрического титрования следующий.

1. Перед началом работы очищают поверхность платинового электрода от органических загрязнений. Для этого электрод погружают на 10 мин в раствор азотной кислоты с концентрацией 50 % (мас.) и затем промывают дистиллированной водой.

2. Включают амперометрическую установку в сеть.

3. Заполняют микробюретку раствором титранта.

4. Вводят в электролизер анализируемый раствор и раствор фонового электролита, погружают электроды.

5. Устанавливают необходимые при выполнении работы потенциал и частоту вращения индикаторного электрода.

6. Титруют, прибавляя титрант порциями по 0,1 см³, регистрируют показания микроамперметра до их резкого изменения.

7. По результатам титрования строят график в координатах: сила тока — объем титранта; по излому на графике находят объем титранта, соответствующий точке стехиометричности, и рассчитывают содержание определяемого вещества в пробе.

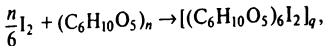
Лабораторная работа № 49 ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИЛОЗЫ В КРАХМАЛЕ

Крахмал состоит из двух полисахаридов — амилозы и амилопектина, отличающихся физическими и химическими свойствами; в их состав входят остатки глюкозы $C_6H_{10}O_5$. Молярная масса амилозы колеблется от $3 \cdot 10^5$ до $1 \cdot 10^6$ г/моль, молярная масса амилопектина достигает $n \cdot 10^8$ г/моль.

Молекула амилозы представляет собой длинную цепочку, состоящую из остатков глюкозы, соединенных α -1,4-глюкозидными связями. Характерной особенностью амилозы является способность образовывать комплексы с иодом. Молекула амилопектина — это разветвленная цепь, включающая около 2500 глюкозных остатков, которые в пределах одной цепочки соединены α -1,4-глюкозидной связью, между отдельными цепочками имеется α -1,6-глюкозидная связь. Присутствие в растворе амилопектина не влияет на электрохимические свойства иода.

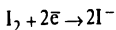
Методика определения амилозы в крахмале основана на том, что восстановление иода, связанного в комплекс с амилозой, и молекулярного иода протекает при разных потенциалах платинового электрода. Молекулярный иод восстанавливается при менее отрицательных значениях потенциала платинового электрода, чем иод, связанный в комплекс с амилозой.

До достижения точки стехиометричности происходит образование комплекса иода с амилозой:



= n/6.

При правильно выбранном потенциале индикаторного электрода восстановления молекулярного иода до точки стехиометричности не происходит. При появлении в растворе избытка иода на платиновом электроде иод начинает восстанавливаться:



Чем больше разность значений силы тока за счет восстановления иода, связанного в комплекс с амилозой, и молекулярного иода, тем более четко фиксируется точка стехиометричности.

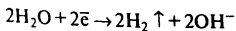
НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Иод, 0,0025 моль/дм³ раствор.
2. Иодид калия, 0,5 моль/дм³ раствор (фоновый электролит).
3. Диметилсульфоксид, ч. д. а.
4. Амилоза: 10—15 мг амилозы растворяют в 1 см³ диметилсульфоксида.
5. Крахмал: 25—30 мг крахмала растворяют в 1 см³ диметилсульфоксида.
6. Пипетки вместимостью 1 и 5 см³ — по 1 шт.
7. Мерные цилиндры вместимостью 10 и 25 см³ — по 1 шт.
8. Установка для амперометрического титрования.
9. Анализируемый крахмал.

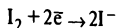
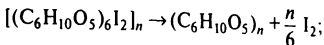
ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В одинаковых условиях снимают вольт-амперные кривые для фонового электролита, иодамилозного комплекса в присутствии фонового электролита и молекулярного иода. Для этого пипеткой отбирают в электролизер по 2,5 см³ раствора иодида калия и диметилсульфоксида, 22,5 см³ дистиллированной воды. Включают магнитную мешалку и снимают вольт-амперную кривую при катодной поляризации платинового электрода.

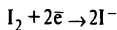
Напряжение увеличивают до тех пор, пока сила тока не достигнет нескольких микроампер, это происходит за счет катодного восстановления воды. На платиновом электроде выделяется водород:



Пипеткой отбирают в электролитическую ячейку 1 см³ диметилсульфоксида, 2,5 см³ раствора иодида калия и 22,5 см³ дистиллированной воды. Включают магнитную мешалку и снимают вольт-амперную кривую. Силу тока измеряют до напряжения, при котором снимают вольт-амперную кривую для фонового электролита. Катодный ток возрастает вследствие восстановления иодамилозного комплекса:



Пипеткой отбирают в электролитическую ячейку 0,2 см³ раствора иода, 2,5 см³ раствора иодида калия, по 22,5 см³ диметилсульфоксида и дистиллированной воды. Включают магнитную мешалку и снимают вольт-амперную кривую. Катодный ток возникает в результате реакции



После снятия трех вольт-амперных кривых отбирают в электролизер 1,0 см³ анализируемого раствора крахмала и 5 см³ раствора иодида калия (фоновый электролит). Устанавливают отрицательный потенциал индикаторного электрода (50 мВ), включают магнитную мешалку. Из бюретки вводят раствор иода, записывают показания прибора.

По экспериментальным данным строят кривую титрования в координатах $I - V_{I_2}$. Точку стехиометричности находят по пересечению двух прямолинейных участков: первый характеризуется постоянством силы тока, поскольку добавляемый иод связывается амилозой в комплекс, второй — увеличением силы тока за счет добавления раствора иода.

Содержание амилозы в крахмале $[\omega, \% \text{ (мас.)}]$ вычисляют по формуле

$$\omega = 486 \frac{2c_{I_2} V_{I_2} V_{\text{общ.}}}{m V} \frac{100}{1000}, \quad (64)$$

где 486 — коэффициент пересчета, учитывающий стехиометрию взаимодействия иода и амилозы (1 молекула иода связывает в комплекс 6 глюкозидных звеньев макромолекулы); 2 — число принятых иодом электронов; c_{I_2} — концентрация раствора иода, моль/дм³; V_{I_2} — объем раствора иода, израсходованный на титрование, см³; m — масса пробы крахмала (г) в общем объеме раствора крахмала ($V_{\text{общ.}}$, см³); V — объем раствора крахмала, взятый для титрования, см³.

Высокая концентрация аскорбиновой кислоты в соках препятствует взаимодействию иода с другими восстановителями, например с глюкозой. Небольшие количества крахмала не мешают определению. Относительная погрешность анализа, как правило, не превышает 3—4 %.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Тиосульфат натрия, 0,02 моль/дм³ раствор.
2. Иод, 0,005 моль/дм³ раствор.
3. Серная кислота, раствор с концентрацией 45 % (мас.).
4. Бюретка вместимостью 20 см³.
5. Коническая колба вместимостью 50 см³.
6. Пипетки вместимостью 2, 5 и 20 см³ — по 1 шт.
7. Установка для амперометрического титрования.
8. Анализируемый продукт (напиток, сок).

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Снимают вольт-амперные кривые реагирующих веществ и продуктов реакции, на основании которых выбирают потенциал индикаторного электрода.

В коническую колбу помещают 20 см³ сока или напитка, приливают 4 см³ серной кислоты и 2 см³ раствора иода. В течение 5—10 мин аскорбиновая кислота окисляется, затем избыток иода оттитровывают раствором тиосульфата натрия.

Анализируемый раствор помещают в титрационную ячейку, включают магнитную мешалку и из бюретки порциями по 0,5 см³ приливают раствор тиосульфата натрия. По шкале прибора отмечают величину диффузионного тока. После прекращения изменения тока титрование заканчивают, по полученным данным строят кривую титрования. Находят точку стехиометричности и вычисляют объем титранта, затраченный на реакцию с избытком иода, оставшегося после окисления аскорбиновой кислоты.

Массу аскорбиновой кислоты (m , г) в 20 см³ сока или напитка вычисляют по формуле

$$m = 0,176(2V_{I_2} c_{I_2} - V_{Na_2S_2O_3} c_{Na_2S_2O_3}), \quad (65)$$

где 0,176 — коэффициент пересчета, равный молярной массе аскорбиновой кислоты (г/моль), деленной на 1000; 2 — число принятых иодом электронов; V_{I_2} и $V_{Na_2S_2O_3}$ — объемы растворов иода и тиосульфата натрия, см³; c_{I_2} и $c_{Na_2S_2O_3}$ — концентрации растворов иода и тиосульфата натрия, моль/дм³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить объекты амперометрического метода анализа.
2. Объяснить причины искажений кривых амперометрического титрования и способы их устранения.
3. Указать пределы обнаружения амперометрического метода.
4. К анализируемому яблочному соку добавляют 25 см^3 $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора иода. На титрование избытка иода затрачивают $7,55 \text{ см}^3$ $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствора тиосульфата натрия. Рассчитать массу (г) аскорбиновой кислоты (молярная масса $176,13 \text{ г/моль}$) в яблочном соке.

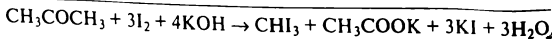
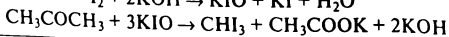
ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить влияние сахарозы и глюкозы на определение аскорбиновой кислоты в напитках и соках.
2. Разработать методику определения аскорбиновой кислоты в напитках и соках методом обратного амперометрического титрования.
3. Определить аскорбиновую кислоту в напитках и соках с применением двух индикаторных электродов, результаты сопоставить с полученными в данной лабораторной работе.
4. Изучить влияние растворенного в напитках кислорода на содержание аскорбиновой кислоты, исследовать кинетику окисления кислоты.
5. Разработать тест-методику определения аскорбиновой кислоты в напитках и соках.
6. Изучить изменение содержания витамина С в соках и напитках при термообработке, консервации и длительном хранении продуктов.

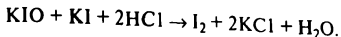
Лабораторная работа №51 ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЦЕТОНА В УКСУСНОЙ КИСЛОТЕ

Уксусную кислоту, применяемую в пищевой промышленности, получают из этанола биохимическим способом. Наряду с уксусной кислотой образуется ацетон, снижающий качество пищевого продукта. Ацетон определяют иодометрическим методом с использованием амперометрической установки.

В щелочной среде ацетон взаимодействует с иодом с образованием иодоформа:



При последующем подкислении образуется избыток иода:



Иод оттитровывают раствором тиосульфата натрия, уксусная кислота не мешает определению ацетона.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Иод, 0,0005 моль/дм³ раствор.
2. Тиосульфат натрия, 0,1 моль/дм³ раствор.
3. Хлороводородная кислота, 5 моль/дм³ раствор.
4. Гидроксид натрия, 4 моль/дм³ раствор.
5. Конические колбы вместимостью 100 см³ с шлифованными пробками — 2 шт.
6. Пипетки вместимостью 5, 10 и 25 см³ — по 1 шт.
7. Установка для амперометрического титрования.
8. Анализируемый препарат уксусной кислоты.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Снимают вольт-амперные кривые реагирующих веществ и продуктов реакции, на основании которых выбирают потенциал вспомогательного индикаторного электрода. В коническую колбу помещают 10 см³ анализируемой уксусной кислоты, содержащей примерно $(0,6 \div 1,8) \cdot 10^{-3}$ г/дм³ ацетона, приливают 5 см³ раствора гидроксида натрия и 25 см³ раствора иода. Колбу плотно закрывают пробкой и оставляют на 10 мин. При этом бурая окраска иода исчезает и образуется желтый осадок иодоформа. Содержимое колбы подкисляют 5 см³ хлороводородной кислоты, погружают электроды и оттитровывают образующийся иод раствором тиосульфата натрия.

При титровании сила диффузионного тока уменьшается и после достижения точки стехиометричности остается постоянным. При дальнейшем добавлении титранта ток в цепи не возникает. Строят кривую титрования в координатах $I - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$; по графику находят точку стехиометричности и соответствующий ей объем раствора тиосульфата натрия.

Массу ацетона (m , г) в анализируемой уксусной кислоте вычисляют по формуле (65).

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить реакции, неприменимые в амперометрическом методе.

2. Указать назначение фонового электролита и требования к его выбору.

3. Составить схему установки для амперометрического титрования.

4. На титрование раствора I_2 затрачивают $2,45 \text{ см}^3$ $0,01$ моль/дм³ раствора $Na_2S_2O_3$. Вычислить содержание иода в растворе [% (мас.)].

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику амперометрического определения ацетона в уксусной кислоте методом добавок, результаты сопоставить с полученными в данной лабораторной работе.

2. Выполнить не менее 10 определений ацетона в уксусной кислоте, результаты обработать методами математической статистики.

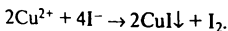
3. Изучить влияние этанола на определение ацетона в уксусной кислоте.

4. Исследовать влияние уксусного альдегида и воды на определение уксусной кислоты в ацетоне.

5. Разработать методику раздельного определения уксусной и пропионовой кислот в ацетоне.

Лабораторная работа № 52 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ В СТОЧНОЙ ВОДЕ

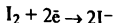
Методика основана на титриметрическом определении ионов Cu^{2+} по реакции



Образующийся иод оттитровывают раствором тиосульфата натрия. При восстановлении Cu^{2+} иодидом выпадает малорастворимый осадок CuI (произведение растворимости $K_s = 10^{-12}$). Стандартные потенциалы редокс-пар Cu^{2+}/Cu^+ ($+0,15$ В) и $I_2/2I^-$ ($+0,54$ В) обуславливают протекание приведенной реакции в обратном направлении.

Причина расхождения между направлением протекания реакции, предполагаемым на основании стандартных потенциалов редокс-пар, и действительным направлением заключается в малой растворимости осадка иодида меди. Концентрация восстановленной формы меди в растворе сильно снижается в результате образования осадка, стандартный потенциал редокс-пары Cu^{2+}/Cu^+ (фактически пары Cu^{2+}/CuI) выше потенциала пары $I_2/2I^-$.

Образующийся иод создает в цепи электрический ток, при этом на платиновом электроде протекает реакция



После точки стехиометричности сила тока не изменяется.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Иодид калия, 0,5 моль/дм³ раствор.
2. Тиосульфат натрия, 0,02 моль/дм³ раствор.
3. Серная кислота, 2 моль/дм³ раствор.
4. Химический стакан вместимостью 50 см³.
5. Мерные цилиндры вместимостью 25 и 250 см³ — по 1 шт.
6. Пипетка вместимостью 10 см³.
7. Часовое стекло.
8. Таймер.
9. Установка для амперометрического титрования.
10. Анализируемая сточная вода, содержащая медь.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Снимают вольт-амперные кривые реагирующих веществ и продуктов реакции, на основании которых выбирают потенциал индикаторного электрода.

В химический стакан помещают 15 см³ раствора иодида калия, 2 см³ серной кислоты и 20 см³ анализируемой сточной воды. Стакан закрывают часовым стеклом, оставляют на 5 мин, затем погружают электроды, включают магнитную мешалку и титруют образующийся иод раствором тиосульфата натрия. Титрант приливают порциями объемом 0,2 см³, через каждые 30 с записывают показания прибора (мА). Титрование прекращают после достижения постоянной силы тока, что свидетельствует об установлении точки стехиометричности. Строят график зависимости диффузионного тока от объема титранта.

Массу меди (m , г) в анализируемой сточной воде вычисляют по формуле

$$m = \frac{63c_{Na_2S_2O_3} V_{Na_2S_2O_3}}{20}, \quad (66)$$

где 63 — молярная масса меди, г/моль; $c_{Na_2S_2O_3}$ — концентрация титранта, моль/дм³; $V_{Na_2S_2O_3}$ — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование иода, см³; 20 — объем анализируемой сточной воды, см³.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить сущность метода амперометрического титрования.
2. Указать вид кривой титрования при электроактивных определяемом ионе и титранте.
3. Перечислить элементы, из которых состоит измерительная часть установки для амперометрического титрования.
4. На титрование пробы сточной воды, содержащей соли меди (II), затрачивают $3,15 \text{ см}^3$ $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствора комплексона III. Рассчитать массу меди (г) в 1 дм^3 сточной воды.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить влияние индифферентных солей на определение Cu^{2+} в сточной воде.
2. Разработать методику амперометрического титрования растворов Cu^{2+} по реакции с комплексом III.
3. Изучить влияние pH сточной воды на определение Cu^{2+}
4. Разработать методику раздельного определения Cu^{2+} и Fe^{3+} в сточной воде.
5. Определить содержание меди в сточной воде методами амперометрического и комплексометрического титрования, сопоставить полученные результаты.
6. Исследовать влияние хлоридов и сульфатов щелочных металлов на определение Cu^{2+} в сточной воде.

Лабораторная работа № 53 ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕДУЦИРУЮЩИХ САХАРОВ В ВИНЕ

Методика основана на восстановлении редуцирующими сахарами окисленной формы ионов Cu^{2+} , содержащейся в жидкости Фелинга, и последующем определении избытка ионов Cu^+ методом амперометрического титрования.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Тиосульфат натрия, $0,02 \text{ моль/дм}^3$ раствор.
2. Иодид калия кристаллический, х. ч.
3. Серная кислота, 2 моль/дм^3 раствор.
4. Раствор Фелинга I: $35 \text{ г CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ растворяют в мерной

колбе вместимостью 500 см³, доводят до метки дистиллированной водой и фильтруют.

5. Раствор Фелинга II: 173 г сегнетовой соли растворяют при нагревании в дистиллированной воде, фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 40 г NaOH, смесь охлаждают до 20 °С и доводят до метки дистиллированной водой.

6. Мерная колба вместимостью 100 см³.

7. Градуированные пипетки вместимостью 10 см³ — 2 шт.

8. Мерный цилиндр вместимостью 5 см³

9. Таймер.

10. Установка для амперометрического титрования.

11. Анализируемое вино.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Снимают вольт-амперные кривые реагирующих веществ и продуктов реакции, на основании которых выбирают потенциал индикаторного электрода.

В мерную колбу помещают 10 см³ анализируемого вина, из которого предварительно удалены дубильные и красящие вещества, по 5 см³ растворов Фелинга I и II, нагревают и кипятят 3 мин. Затем колбу охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают содержимое. В электролитическую ячейку помещают 10 см³ полученного раствора, подкисляют 2 см³ серной кислоты, погружают электроды и добавляют 0,50 г иодида калия.

Образующийся иод оттитровывают раствором тиосульфата натрия, регистрируя показания прибора. Строят кривую титрования в координатах: сила предельного диффузионного тока — объем титранта. По излому на кривой находят объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование иода.

Массу меди (m , г) в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$m = 2V_{II}c_1 - V_{Na_2S_2O_3}c_{Na_2S_2O_3} \frac{10}{M}, \quad (67)$$

где V_{II} — объем раствора Фелинга II, см³; c_1 — концентрация раствора Фелинга I, моль/дм³; $V_{Na_2S_2O_3}$ — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³; $c_{Na_2S_2O_3}$ — концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³; M — молярная масса меди, г/моль.

По табл. 4 находят содержание редуцирующих сахаров, соответствующее вычисленному содержанию меди.

Таблица 4. Содержание редуцирующих сахаров (мг), соответствующее вычисленному содержанию меди (мг)

Медь	Редуцирующие сахара	Медь	Редуцирующие сахара	Медь	Редуцирующие сахара
		60	30,4	110	58,4
10	4,8	62	31,4	112	59,6
12	5,8	64	32,5	114	60,8
14	6,8	66	33,6	116	62,0
16	7,7	68	34,7	118	63,2
18	8,7	70	35,8	120	64,4
20	9,7	72	36,9	122	65,7
22	10,7	74	38,0	124	66,9
24	11,7	76	39,1	126	68,1
26	12,8	78	40,2	128	69,3
28	13,8	80	41,3	130	70,5
30	14,8	82	42,4	132	71,7
32	15,8	84	43,5	134	73,0
34	16,8	86	44,7	136	74,2
36	17,8	88	45,8	138	75,4
38	18,8	90	46,9	140	76,7
40	19,8	92	48,1	142	77,9
42	20,9	94	49,2	144	79,2
44	21,9	96	50,3	146	80,5
46	22,9	98	51,5	148	81,7
48	24,0	100	52,7	150	83,0
50	25,1	102	53,8	152	84,2
52	26,1	104	55,0	154	85,5
54	27,2	106	56,1	156	86,7
56	28,3	108	57,3	158	88,0
58	29,3				

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Привести сравнительную характеристику амперометрического титрования и других электрохимических методов.
2. Указать вид кривой амперометрического титрования электроактивного вещества индифферентным титрантом.
3. К анализируемому напитку добавляют 25 см^3 $0,1$ моль/дм³ раствора иода. На титрование избытка иода затрачивают $10,25 \text{ см}^3$ $0,01$ моль/дм³ раствора тиосульфата натрия. Рассчитать массу (г) лимонной кислоты (молярная масса $192,0$ г/моль) в напитке.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику определения редуцирующих сахаров в вине с применением двух индикаторных электродов, результаты сравнить с полученными в данной лабораторной работе.
2. Изучить влияние аскорбиновой кислоты на определение редуцирующих сахаров в вине.

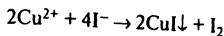
3. Выполнить не менее 10 определений редуцирующих сахаров в вине, полученные данные обработать методами математической статистики.
4. Разработать методику отдельного определения редуцирующих и нередуцирующих сахаров в вине.
5. Определить редуцирующие сахара в винах различных сортов.
6. Разработать методику экспрессного суммарного определения сахаров в сухих винах.

Лабораторная работа № 54 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ В ВИНЕ

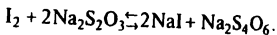
В вине содержатся значительные количества Cu^{2+} вследствие применения медного купороса для лечения виноградников. Возможен также переход Cu^{2+} в вино при его приготовлении и обработке с применением аппаратов и машин, имеющих медные и бронзовые детали.

Медь ухудшает качество вина и участвует в окислительных процессах, ее содержание в больших количествах может вызывать отравления.

Для определения Cu^{2+} применяют метод замещения, основанный на восстановлении Cu^{2+} иодидом калия

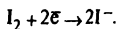


с последующим амперометрическим титрованием образовавшегося в результате реакции иода раствором тиосульфата натрия



При восстановлении Cu^{2+} иодидом образуется малорастворимый осадок CuI (произведение растворимости $K_s = 10^{-12}$), равновесие смещается в сторону образования иода. Стандартный потенциал редокс-пары $\text{I}_2/2\text{I}^-$ ($E^\circ = +0,54 \text{ В}$) выше стандартного потенциала редокс-пары $\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+$ ($E^\circ = +0,15 \text{ В}$). Однако концентрация восстановленной формы Cu^+ в растворе сильно снижается вследствие осаждения CuI , поэтому реакция идет не в предполагаемом направлении, а в обратном. Для протекания реакции с образованием иода необходим избыток KI : чем больше избыток, тем меньше потенциал редокс-пары $\text{I}_2/2\text{I}^-$.

Образующийся иод разряжается на микроэлектроде, в результате электродной реакции в цепи возникает диффузионный ток:



В точке стехиометричности диффузионный ток прекращается, поскольку тиосульфат натрия индифферентен и при данном потенциале не разряжается на электроде.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Иодид калия, 0,5 моль/дм³ раствор.
2. Серная кислота, 1 моль/дм³ раствор.
3. Серная кислота концентрированная, $d = 1,84 \cdot 10^3$ кг/дм³.
4. Тиосульфат натрия, 0,02 моль/дм³ раствор.
5. Азотная кислота концентрированная, $d = 1,40 \cdot 10^3$ кг/дм³.
6. Химический стакан вместимостью 50 см³.
7. Градуированная мерная пипетка вместимостью 10 см³.
8. Мерные цилиндры вместимостью 10 см³ — 3 шт.
9. Колба Кьельдаля вместимостью 100 см³.
10. Часовое стекло.
11. Электрическая плитка.
12. Кусочки пемзы или керамики.
13. Установка для амперометрического титрования.
14. Анализируемое вино.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для озоления пробы вина пипеткой помещают 5—10 см³ напитка в колбу Кьельдаля, добавляют по 1 см³ концентрированных серной и азотной кислот и 2—3 кусочка пемзы или керамики. Осторожно нагревают на электрической плитке, периодически добавляя по каплям азотную кислоту до получения бесцветного раствора, охлаждают на воздухе, добавляют 2—3 см³ воды и выпаривают до образования паров серной кислоты. Содержимое колбы охлаждают на воздухе и количественно переносят в химический стакан. Добавляют 10 см³ раствора иодида калия и 1 см³ 1 моль/дм³ раствора H₂SO₄. Закрывают стакан часовым стеклом и оставляют в затемненном месте на 5 мин. В результате реакции образуется иод, раствор приобретает желто-бурую окраску.

Содержимое стакана количественно переносят в электролитическую ячейку, погружают в раствор электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором тиосульфата натрия. После добавления каждой порции титранта (0,2 см³) записывают показания микроамперметра.

По экспериментальным данным строят кривую титрования $I = f(V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3})$. Объем титранта в точке стехиометричности находят по пересечению двух прямолинейных участков графика.

Содержание меди в вине (q , мг/дм³) рассчитывают по формуле

$$q = \frac{cVM}{V_n} \cdot 1000, \quad (68)$$

где c — концентрация титранта, моль/дм³; V — объем титранта, затраченный на титрование, см³; M — молярная масса меди, г/моль; V_n — объем пробы анализируемого вина, см³

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить сущность идентификации вещества по вольт-амперограмме.
2. Указать электроды, применяемые в полярографии, перечислить их преимущества и недостатки.
3. Составить схему установки для амперометрического титрования.
4. К 50 см³ виноградного вина добавляют избыток раствора иодида калия. На амперометрическое титрование образовавшегося иода затрачивают 3,50 см³ 0,02 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия. Рассчитать массу (г) меди в анализируемой пробе вина.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Определить содержание ионов Cu^{+2} в винах различных сортов, сопоставить полученные результаты с требованиями соответствующих технических условий.
2. Сопоставить результаты амперометрического и фотоэлектроколориметрического определения Cu^{2+} в сухих винах.
3. Изучить влияние углеводов (глюкоза, фруктоза) на изменение содержания ионов Cu^{+2} в виноградных винах в зависимости от сроков хранения.
4. Исследовать восстановление Cu^{2+} в Cu^{+} под действием глюкозы при термообработке виноградных вин.
5. Установить динамику снижения содержания Cu^{2+} в виноградных винах в зависимости от сроков хранения.
6. Разработать методику определения микроколичеств Cu^{2+} с предварительным экстракционным или сорбционным концентрированием.

Лабораторная работа № 55 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНЫХ СУЛЬФИДРИЛЬНЫХ ГРУПП БЕЛКА

Методика основана на амперометрическом титровании SH-групп белка раствором нитрата серебра.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Нитрат серебра, 0,005 моль/дм³ раствор.
2. Хлорид калия, 2 моль/дм³ раствор (фоновый электролит).
3. Нитрат аммония, 2,5 моль/дм³ раствор.
4. Гидроксид аммония, раствор с концентрацией 25 % (мас.).
5. Пипетки вместимостью 1 и 5 см³ — по 1 шт.
6. Установка для амперометрического титрования, снабженная микробюреткой вместимостью 5 см³.
7. Анализируемый раствор белка.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Снимают вольт-амперные кривые фонового электролита в растворе нитрата серебра, на основании которых устанавливают потенциал индикаторного электрода. Затем в электролизер помещают анализируемый раствор, содержащий 1,0—3,0 мг растворимого белка в 1 см³, добавляют 0,4 см³ раствора гидроксида аммония, 0,8 см³ раствора нитрата аммония, 3,8 см³ раствора нитрата калия. Общий объем раствора доводят дистиллированной водой до 20 см³.

В электролизер погружают электроды и титруют раствором нитрата серебра. Титрант добавляют порциями по 0,1 см³, регистрируют показания микроамперметра. Строят кривую титрования в координатах $I - V_{\text{AgNO}_3}$; по графику находят точку стехиометричности.

Число сульфгидрильных групп N рассчитывают по формуле

$$N = \frac{5VK}{m}, \quad (69)$$

где 5 — число SH-групп, соответствующее 1 см³ 0,005 моль/дм³ раствора нитрата серебра; V — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование, см³; K — коэффициент пересчета числа SH-групп на объем 0,005 моль/дм³ раствора нитрата серебра; m — масса азота во взятом для анализа объеме белка, г.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Перечислить величину, которая является функцией концентрации деполяризатора при амперометрическом титровании.
2. Привести уравнение, описывающее взаимосвязь силы предельного диффузионного тока и концентрации титруемого раствора.
3. Перечислить электроды, применяемые в качестве индикаторных при амперометрическом титровании.
4. Составить уравнение реакции, протекающей при определе-

нии сульфгидрильных групп в титруемом растворе и на индикаторном электроде. Обосновать вид кривой амперометрического титрования.

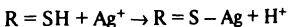
ТЕМАТИКА УИРС

1. Разработать методику амперометрического определения сульфгидрильных групп белка методом стандартных серий.
2. Изучить влияние рН анализируемого раствора на определение свободных сульфгидрильных групп белка.
3. Оценить воспроизводимость результатов определения свободных сульфгидрильных групп белка.
4. Разработать методику определения сульфгидрильных групп белка с применением нитрата свинца.
5. Изучить влияние хлорида натрия на определение сульфгидрильных групп белка.
6. Определить содержание сульфгидрильных групп белков различного происхождения (белки мяса, яиц, сои, других бобовых культур).

Лабораторная работа № 56 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФГИДРИЛЬНЫХ ГРУПП В ТЕСТЕ

Сульфгидрильная (восстановленная) форма глутатиона повышает активность ферментов, в результате снижается «сила» муки и ухудшаются физико-механические свойства теста и полуфабрикатов.

Определение сульфгидрильных групп основано на реакции с нитратом серебра:



При амперометрическом титровании до достижения точки стехиометричности диффузионный ток отсутствует или равен остаточному, так как ионы Ag^+ вступают в реакцию с анализируемым веществом. После достижения точки стехиометричности избыток титранта вызывает резкое увеличение силы диффузионного тока (ионы Ag^+ восстанавливаются на платиновом электроде). Сила диффузионного тока пропорциональна концентрации Ag^+ в растворе.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Салицилат натрия, х. ч.
2. Комплексон III, раствор с титром 1 мг/см³.

3. Азотная кислота, 1 моль/дм³ раствор.
4. Хлорид калия, 1 моль/дм³ раствор.
5. Нитрат серебра, 0,001 моль/дм³ стандартный раствор.
6. Триоксиметиламинметан, 1 моль/дм³ буферный раствор.
7. Химические стаканы вместимостью 50 см³ — 2 шт.
8. Мерный цилиндр вместимостью 50 см³.
9. Градуированные пипетки вместимостью 1 и 10 см³ — по 2 шт.
10. Фарфоровая ступка с пестиком.
11. Таймер.
12. Технические весы.
13. Установка для амперометрического титрования с платиновым и хлоридсеребряным электродами.
14. Анализируемое тесто.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Предварительно готовят модифицированную смесь. В химический стакан пипеткой помещают 4 см³ буферного раствора, добавляют 3,4 см³ раствора азотной кислоты, по 0,3 см³ растворов хлорида калия и комплексона III, 3,78 г салицилата натрия. Мерным цилиндром приливают 22 см³ дистиллированной воды и перемешивают, общий объем смеси составляет 30 см³.

Навеску теста массой (1,00 ± 0,01) г помещают в фарфоровую ступку, добавляют 30 см³ модифицированной смеси, тщательно растирают пестиком до получения гомогенной суспензии.

Приготовленную суспензию помещают в электролитическую ячейку с платиновым и хлоридсеребряным электродами, включают магнитную мешалку и перемешивают в течение 5 мин до установления равновесия.

К смеси из бюретки с интервалом в 1 мин добавляют по 0,1 см³ раствора нитрата серебра, микроамперметром регистрируют силу диффузионного тока. Титруют до увеличения силы тока.

По полученным результатам строят график в координатах: сила диффузионного тока — объем титранта и устанавливают точку стехиометричности.

Содержание сульфгидрильных групп (ω , мг%) рассчитывают по формуле

$$\omega = \frac{VcM}{m} \cdot 100, \quad (70)$$

где V — объем раствора нитрата серебра, затраченный на титрование в точке стехиометричности, см³; c — концентрация титранта, моль/дм³; M — молярная масса сульфгидрильной группы (33 г/моль); m — масса навески теста, мг.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Назвать фактор, определяющий характер кривой амперометрического титрования.
2. Перечислить химические реакции, применяемые при амперометрическом титровании.
3. Указать координаты вольт-амперограммы.
4. На амперометрическое титрование суспензии, полученной из 1 г теста, затрачивают $2,0 \text{ см}^3 \cdot 10^{-4} \text{ моль/дм}^3$ раствора нитрата серебра. Рассчитать содержание сульфгидрильных групп [% (мас.)] в тесте.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Изучить возможность замены солей серебра, применяемых в качестве титранта, соединениями висмута или свинца.
2. Сопоставить результаты определения сульфгидрильных групп в тесте методами амперометрического и потенциометрического титрования.
3. Установить содержание сульфгидрильных групп в тесте, приготовленном из муки различных злаковых культур (рожь, пшеница, ячмень, овес).
4. Исследовать изменение содержания сульфгидрильных групп в тесте при выпечке хлеба.
5. Разработать методику ускоренного определения сульфгидрильных групп в муке.
6. Изучить зависимость кулинарных и вкусовых качеств теста и полученных из него хлебобулочных изделий от содержания сульфгидрильных групп.

Лабораторная работа № 57 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФИДРИЛЬНЫХ ГРУПП В МЯСЕ

При амперометрическом титровании раствором нитрата серебра сульфгидрильные группы мяса реагируют с ионами Ag^+ . Определение включает получение гомогенизата из мяса и его амперометрическое титрование.

НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ, ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

1. Хлорид калия, 1 моль/дм^3 раствор (фоновый электролит).
2. Нитрат серебра, $0,001 \text{ моль/дм}^3$ стандартный раствор.
3. Аммонийный буферный раствор, pH 9,25.
4. Мерные цилиндры вместимостью 10 см^3 — 3 шт.

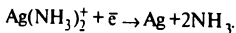
5. Фарфоровая ступка с пестиком.
6. Химический стакан вместимостью 50 см³.
7. Мерные пипетки вместимостью 1 и 10 см³ — по 1 шт.
8. Гомогенизатор с тефлоновым пестиком.
9. Технические весы.
10. Установка для амперометрического титрования с платиновым вращающимся и хлоридсеребряным электродами.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Навеску мяса массой (0,50 ± 0,01) г тщательно растирают в фарфоровой ступке, переносят в пробирку гомогенизатора, добавляют 10 см³ дистиллированной воды и гомогенизируют 2—3 мин.

В электролитическую ячейку отбирают пипеткой 1 см³ полученного гомогенизата, добавляют 3 см³ раствора хлорида калия и 6 см³ аммонийного буферного раствора. Ионы Ag⁺ практически полностью связываются аммиаком в комплекс, поэтому хлорид калия не мешает определению. В титруемый раствор погружают электроды, включают магнитную мешалку. Из бюретки добавляют по 0,1 см³ раствора нитрата серебра и регистрируют показания микроамперметра.

До точки стехиометричности сила остаточного тока возрастает незначительно (ионы Ag⁺ взаимодействуют с определяемым веществом). При достижении точки стехиометричности ионы Ag⁺ восстанавливаются на платиновом электроде:



При этом сила диффузионного тока резко увеличивается. Следует учесть, что при титровании поверхность платинового электрода не обновляется, его электропроводность снижается, особенно при титровании растворов, содержащих белки, поэтому после каждого титрования электрод промывают концентрированной азотной кислотой.

Строят график зависимости силы диффузионного тока от объема добавленного титранта, находят точку стехиометричности и объем титранта, затраченный на титрование.

Содержание сульфгидрильных групп (ω, мг %) в мясе рассчитывают по формуле

$$\omega = \frac{V_c M V_n \cdot 100}{m}, \quad (71)$$

где V — объем титранта в точке стехиометричности, см³; c — концентрация титранта, моль/дм³; M — молярная масса сульфгидрильной группы (33 г/моль); V_n — объем пробы гомогенизата, см³; m — масса навески мяса, мг.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1. Объяснить назначение фонового электролита при амперометрическом титровании.
2. Перечислить электроды, применяемые в вольтамперометрии.
3. Указать условие, при котором вольт-амперограмму строят как кривую амперометрического титрования.
4. На амперометрическое титрование гомогенизированной пробы мяса затрачивают $1,8 \text{ см}^3 \cdot 10^{-3} \text{ моль/дм}^3$ раствора нитрата серебра. Рассчитать массу (мг) сульфгидрильных групп в мясе.

ТЕМАТИКА УИРС

1. Сопоставить содержание сульфгидрильных групп в мясе и тесте.
2. Установить факторы, влияющие на правильность и воспроизводимость результатов определения сульфгидрильных групп в мясе и тесте.
3. Определить сульфгидрильные группы в мясе (свинина, говядина, баранина, птица), установить соответствие полученных результатов техническим условиям и ГОСТ.
4. Изучить возможность замены солей серебра солями тяжелых металлов, реагирующих быстро и количественно с сульфгидрильными группами белков в составе мяса.
5. Разработать методику экспрессного полуколичественного определения сульфгидрильных групп в мясе и мясных продуктах.
6. Исследовать изменение содержания сульфгидрильных групп в мясе при его варке, жарке, горячем копчении.

Часть пятая

ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА



Общие требования безопасности. К выполнению лабораторных работ по электрохимическим методам анализа допускаются студенты, прошедшие инструктаж по технике безопасности на рабочем месте с оформлением соответствующей записи в журнале регистрации инструктажа за подписью преподавателя и студента.

При нарушении правил техники безопасности виновный отстраняется от выполнения работы. Вновь допуск к работе выдается после прохождения внеочередного инструктажа.

В лаборатории **запрещается**:

- оставлять без присмотра включенные приборы;
- пить воду из лабораторной посуды;
- пробовать вещества на вкус;
- наклоняться над сосудом и нюхать какое-либо вещество или раствор (пары или газы следует направлять к себе движением руки).

Характеристика опасных и вредных производственных факторов:

• хлороводородная кислота — бесцветная жидкость с резким запахом, предельно допустимая концентрация (ПДК) — 5 мг/м^3 , класс опасности — 2;

• серная кислота — маслянистая, прозрачная и бесцветная жидкость; поражает легкие, при попадании на кожу вызывает ожоги; ПДК — 1 мг/м^3 , класс опасности — 2;

• аммиак — бесцветная прозрачная жидкость с резким характерным запахом; вдыхание газообразного аммиака приводит к отеку легких; ПДК — 20 мг/м^3 , класс опасности — 4;

• гидроксид натрия — твердое, бесцветное вещество, обладающее едкими свойствами, вызывает ожоги; ПДК — 5 мг/м^3 , класс опасности — 3;

• стекло и стеклянная посуда: они могут вызывать порезы рук, ожоги при неосторожном обращении с нагретым стеклом; тяжелые травмы происходят при попадании осколков стекла в глаза;

• электрооборудование: химическая лаборатория по степени поражения человека электрическим током относится к помещениям повышенной опасности (опасно воздействие на человека

любого ошутимого тока). Сила тока, превышающая 100 мА, смертельна, 50—100 мА — опасна (сила тока 25 мА вызывает паралич рук, 50—80 мА — паралич дыхания). Тепловое действие электротока — ожоги, механическое — разрыв тканей, электрохимическое — изменение состава крови;

- газовые баллоны (газы поступают в лабораторию в сжатом, сжиженном или растворенном состоянии): опасность работы с баллонами связана с горючестью, взрывоопасностью, токсичностью содержащихся в них газов, а также с высоким давлением газа в баллоне (до 15 МПа);

- природный газ: он не имеет запаха, опасен в пожарном и токсикологическом отношении, смесь газа с воздухом взрывоопасна. В лаборатории проложен газопровод низкого давления.

Требования безопасности перед началом занятий состоят в следующем.

Дежурный лаборант обязан:

а) включить вентиляцию за 30 мин до начала занятия;

б) проверить:

- наличие защитных средств;
- наличие противопожарных средств;
- состояние газовых приборов;
- исправность электропроводки;
- состав аптечки;
- состояние заземления приборов.

Преподаватель, ведущий занятие, обязан проверить:

а) присутствие студентов по списку;

б) наличие у студентов защитной спецодежды (халат, при необходимости — перчатки);

в) знание студентами правил безопасной работы.

Требования безопасности во время работы заключаются в следующем.

Работа с химическими реактивами:

- склянки с растворами реактивов должны быть хорошо закрыты и снабжены этикетками (формула реактива, название, концентрация, дата приготовления);

- растворы запрещается набирать в пипетку ртом, необходимо пользоваться резиновой грушей или сифоном;

- отработанные растворы кислот и щелочей запрещается сливать в канализацию, их сливают в специальные склянки для последующей нейтрализации.

Работа с органическими растворителями

- работа проводится в вытяжном шкафу;
- количество органического растворителя, хранящегося в лаборатории, не должно превышать суточной потребности.

Работа с природным газом:

- перед началом работы помещение проветривают;

- открывают кран на газопроводе;
 - зажигают спичку, подносят ее к отверстию горелки, открывают кран горелки;
 - включенные газовые горелки нельзя оставлять без присмотра.
- Работа с электрооборудованием и приборами:**
- нельзя оставлять без присмотра включенные электроприборы;
 - все приборы в металлических корпусах должны быть заземлены;
 - на прибор или около него нельзя помещать посторонние предметы.

Требования безопасности по окончании занятий. Дежурный лаборант обязан проверить, закрыты ли краны газовых горелок, водопроводные краны, выключить вентиляцию, отключить электроэнергию, сделать записи обо всех замечаниях в специальном журнале, закрыть лабораторию и сдать ключ заведующему лабораторией.

Требования безопасности в аварийной ситуации. При возникновении пожара преподаватель, ведущий занятия, организует немедленную эвакуацию студентов из лаборатории.

Для тушения пожара применяют воду, песок, огнетушители. Нельзя тушить водой и огнетушителем ОП-5 горящую электропроводку, для этого предназначены углекислотные или порошковые огнетушители.

Первая (доврачебная) медицинская помощь. В лаборатории на видном месте должна находиться аптечка с перевязочными материалами (вата, бинт) и набором необходимых лекарств (йод, растворы борной кислоты и питьевой соды, мазь от ожогов, нашатырный спирт, вазелин, анальгин).

Остановка сердца и дыхания. При нарушении сердечной деятельности и дыхания необходимо провести искусственное дыхание по способу «изо рта в рот» (или «изо рта в нос»).

Химические ожоги кожи и глаз. Пораженный участок кожи промывают струей водопроводной воды в течение длительного времени (не менее 15 мин); затем при ожогах щелочью промывают 2%-м раствором уксусной или борной кислоты, а при ожогах кислотами — 2%-м раствором питьевой соды. При попадании химического вещества в глаз немедленно промывают его водой в течение 10—15 мин. Если в глаз попала кислота, то дальнейшее промывание проводят 2%-м раствором питьевой соды, а при попадании в глаз щелочи его промывают 1%-м раствором хлорида натрия в течение 30—60 мин.

Поражение электрическим током. После освобождения пострадавшего от действия тока оказывают первую медицинскую помощь: при потере сознания обрызгивают лицо

холодной водой, дают нюхать 10 %-й нашатырный спирт; после того как пострадавший придет в сознание, дают ему выпить настой валерианы и горячий чай.

Обработку электрохимических ожогов (кроме ожогов 1-й степени) мазями или наложение компрессов проводят только медицинские работники. До оказания медицинской помощи необходимо обнажить обожженный участок и наложить на него стерильную повязку. Для снятия боли применяют обезболивающие средства (анальгин, амидопирин).

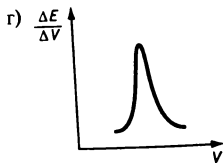
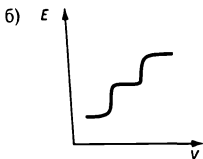
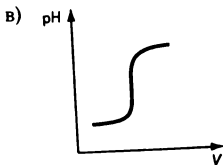
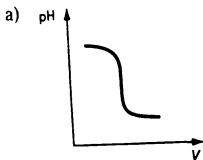
К р о в о т е ч е н и е. Способ остановки кровотечения — наложение на рану давящей повязки. При артериальном кровотечении накладывают жгут. Непосредственно на рану помещают стерильный бинт, вату, предварительно обработав края раны настойкой йода.

5. На титрование смеси муравьиной и уксусной кислот до первой точки стехиометричности затрачивают 8 см^3 $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида калия, до второй точки стехиометричности — $10,2 \text{ см}^3$ раствора титранта. Массы (мг) муравьиной и уксусной кислот соответственно равны:

- а) 9,2 и 30,6;
 б) 18,4 и 30,6;
 в) 30,6 и 18,4;
 г) 18,4 и 15,3.

1-3

1. Заменить многоточие в формулировке: в меркуриметрическом методе в качестве индикаторного применяется ... электрод:
 а) хингидронный;
 б) платиновый;
 в) каломельный;
 г) хлоридсеребряный.
2. Интегральная кривая титрования уксусной кислоты раствором гидроксида натрия имеет вид:



3. Закончить формулировку: преимущество потенциометрического метода состоит в возможности

- а) определения нескольких веществ в смеси без предварительного разделения;
 б) применения двух разных электродов;
 в) титрования только одного вещества в смеси;
 г) применения различных потенциометров.

4. Закончить формулировку: потенциал рН-стеклянного электрода с повышением концентрации ионов водорода...

- а) уменьшается;
 б) линейно возрастает;

в) при малых концентрациях уменьшается, при высоких — возрастает;

г) изменяется экспоненциально.

5. На титрование 10 см^3 сока (плотность принимают равной 1 г/см^3) затрачивают $5,55 \text{ см}^3$ $0,02 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Содержание лимонной кислоты $\text{HOOCCH}_2\text{C}(\text{OH})\text{COONH}_2\text{COOH}$ [% (мас.)] в анализируемом соке равно:

а) 0,036;

б) 1,071;

в) 0,710;

г) 0,071.

I-4

1. К электродам второго рода относятся:

а) хлоридсеребряный, каломельный;

б) хингидронный, сурьмяный;

в) стеклянный, водородный;

г) платиновый, серебряный.

2. Закончить формулировку: при потенциометрическом титровании константу ионизации слабого основания устанавливают по...

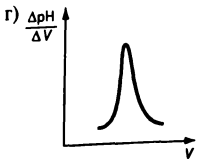
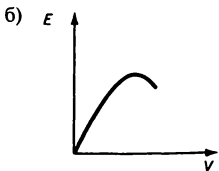
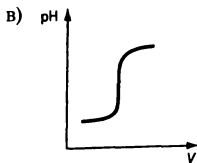
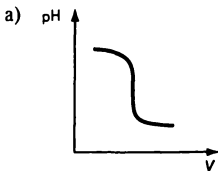
а) началу скачка на кривой титрования;

б) точке стехиометричности;

в) точке, соответствующей 50%-му титрованию раствора;

г) окончанию скачка на кривой титрования.

3. Интегральная кривая титрования молочной кислоты раствором гидроксида натрия имеет вид:



4. Закончить формулировку: на кривой титрования многоосновных кислот или оснований

- а) все скачки одинаковы по величине;
- б) первый и последний скачки одинаковы;
- в) первый скачок наибольший, последний — минимальный;
- г) последний скачок максимальный, первый — наименьший.

5. При титровании 25 см^3 нейтрализованного молока, содержащего карбонат натрия, $0,02 \text{ моль/дм}^3$ раствором хлороводородной кислоты получены следующие данные:

$V, \text{ см}^3$	15,0	15,5	16,0	17,0	17,5	18,0
ΔpH	0,2	0,4	0,6	2,6	0,6	0,4

Концентрация карбоната натрия (моль/дм^3) в анализируемом молоке равна:

- а) 0,0163;
- б) 0,0136;
- в) 1,360;
- г) 0,136.

I-7

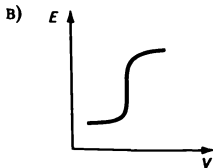
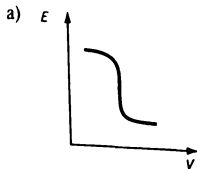
Заменить многоточие в формулировке: уравнение Нернста имеет вид $E = E^\circ_{\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{Hg}} - 0,0581 \text{lg} a_{\text{Cl}^-}$ для электрода:

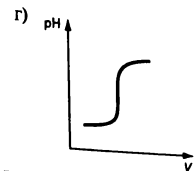
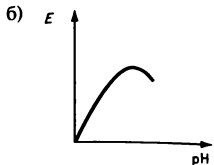
- а) каломельного;
- б) щелочного гидроксиртутного;
- в) сернокислого ртутного;
- г) хлоридсеребряного.

2. Закончить формулировку: особенность метода потенциометрического титрования заключается в

- а) применении индикаторного электрода и электрода сравнения;
- б) возможности автоматизации анализа;
- в) высокой точности;
- г) возможности автоматизации стадии титрования.

3. Интегральная кривая титрования ионов Fe^{2+} раствором перманганата калия в кислой среде имеет вид:





4. Закончить формулировку: градуировку потенциометра проводят по

- концентрированному раствору щелочи;
- дистиллированной воде;
- разбавленному раствору кислоты;
- буферному раствору.

5. При титровании 50 см^3 сока $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствором гидроксида натрия получены следующие данные:

$V, \text{ см}^3$	12,0	12,5	13,0	14,0	14,5	15,0	15,5
pH	5,4	5,6	5,85	6,1	6,5	9,7	10,1
$\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta V}$	0,4	0,5	0,25	0,80	6,4	0,8	

Концентрация двухосновной аскорбиновой кислоты (моль/дм^3) в анализируемом соке равна:

- 0,176;
- 0,0176;
- 1,76;
- 0,0352.

1-8

1. Закончить формулировку: при подготовке стеклянного рН-электрода к работе

- выдерживают сухой электрод в воде или буферном растворе;
- выдерживают электрод в концентрированном растворе гидроксида натрия;
- вымачивают электрод в разбавленной кислоте;
- предварительной подготовки электрода не требуется.

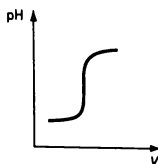
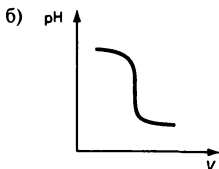
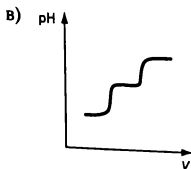
2. Закончить формулировку: содержание хлороводородной и серной кислот в смеси находят...

- по скачкам на интегральной кривой титрования;
- задача неразрешима;
- по максимумам на дифференциальной кривой титрования;
- по скачку на кривой титрования, построенной по третьей производной.

3. Потенциометрическая дифференциальная кривая титрова-

в) стеклянный и хлоридсеребряный или стеклянный и каломельный;
 г) серебряный и хлоридсеребряный или ртутный и каломельный.

3. Интегральная кривая титрования смеси хлороводородной и уксусной кислот раствором гидроксида натрия имеет вид:



4. Приближенное титрование имеет целью:

- построение интегральной кривой титрования;
- проверку правильности показаний прибора;
- установление интервала объемов титранта, в котором находится точка стехиометричности;
- установление ориентировочного содержания вещества в растворе.

5. При анализе раствора хлорида натрия методом прямой потенциометрии с рNa-стеклянным электродом $pNa = 4$. Концентрация ионов Na^+ в растворе (моль/дм³) равна:

- 10^{-10} ;
- 10^{-4} ;
- 4;
- 10^{-2} .

1-10

Заменить многоточие в формулировке: уравнение Нернста

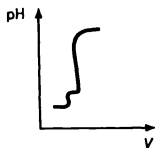
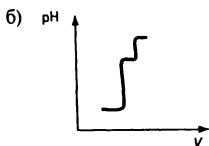
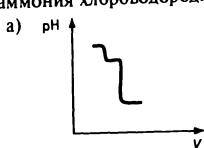
имеет вид $E = E^{\circ} + \frac{RT}{nF} \lg \frac{Ks}{a_{Cl^-}}$ для электрода:

- серебряного;
- Cl^- -селективного;
- каломельного;
- хлоридсеребряного.

2. Заменить многоточие в формулировке: для определения хлорид-ионов методом осадительного титрования применяются электроды:

- а) стеклянный и хлоридсеребряный;
- б) платиновый и хлоридсеребряный;
- в) серебряный и хлоридсеребряный;
- г) хингидронный и каломельный.

3. Интегральная кривая титрования смеси гидроксидов натрия и аммония хлороводородной кислотой имеет вид:



4. Заменить многоточие в формулировке: для потенциметрического определения магния в растворе наиболее целесообразен метод ... титрования:

- а) кислотно-основного;
- б) редоксиметрического;
- в) комплексонометрического;
- г) осадительного.

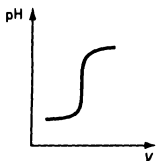
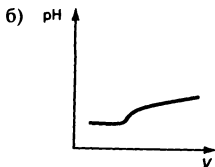
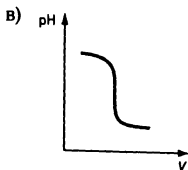
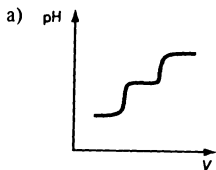
5. На потенциметрическое титрование лимонной кислоты $\text{HOOCCH}_2\text{C}(\text{OH})\text{COONH}_2\text{COOH}$ в водном экстракте из вафель до точки стехиометричности затрачивают 10 см^3 $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида калия. Масса (г) лимонной кислоты в анализируемом экстракте равна:

- а) 0,032;
- б) 32,0;
- в) 0,32;
- г) 3,2.

1. Закончить определение: электроды первого рода — это...

- а) металл в равновесии с насыщенным раствором малорастворимой соли;
- б) металл в равновесии с раствором двух малорастворимых солей с одноименным анионом;

- в) металл в равновесии с солями с одноименными ионами;
 г) металлическая пластинка, погруженная в раствор соли.
2. Закончить определение: концентрационной называется цепь, содержащая...:
- а) две ячейки с двумя одинаковыми электродами, находящимися в растворах с различной концентрацией ионов;
 б) два электрода, один из которых ионоселективный;
 в) любую систему из двух электродов;
 г) стеклянный и хлоридсеребряный электроды.
3. Интегральная форма кривой титрования уксусной кислоты раствором гидроксида аммония имеет вид:



4. Заменить многоточие в формулировке: для определения дихромат-ионов в растворе применяется... метод:

- а) кислотно-основный; в) осадительный;
 б) редоксиметрический; г) комплексонометрический.

5. При прямом потенциометрическом определении калия в сахарном сиропе электродный потенциал $E = 400$ мВ; градуировочный график — прямая линия с промежуточными точками:

$c_{K^+} = 0,001$ моль/дм³, $E = 125$ мВ; $c_{K^+} = 0,007$ моль/дм³, $E = 525$ мВ.
 Концентрация ионов K^+ (моль/дм³) в анализируемом сиропе равна:

- а) 0,005; в) 0,05;
 б) 0,055; г) 0,0025.

I-12

1. Требование, предъявляемое к каломельному электроду:

- а) большая электропроводность;
 б) особая чистота всех реактивов и ртути, применяемой для изготовления электродов;

в) минимальная диффузия анализируемого раствора в электрод;

г) все перечисленные выше.

2. Заменить многоточие в формулировке: для потенциометрического титрования смеси органических кислот применяется ...электрод сравнения:

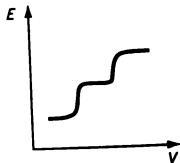
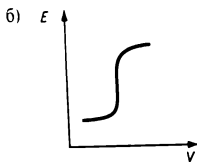
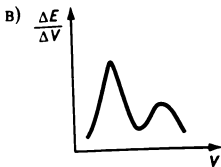
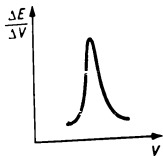
а) каломельный;

б) хингидронный;

в) водородный;

г) рН-стеклянный.

3. Дифференциальная кривая титрования смеси хлоридов натрия и калия раствором нитрата серебра имеет вид:



4. Точку стехиометричности, как правило, устанавливают по дифференциальной, а не по интегральной кривой титрования по следующей причине:

а) дифференциальная кривая позволяет более точно установить точку стехиометричности;

б) предпочтение определяется выбором систем электродов;

в) интегральную кривую титрования можно построить только для титрования сильных электролитов;

г) преимуществ в установлении точки стехиометричности нет.

5. Потенциал хлоридсеребряного электрода, погруженного в раствор, по отношению к насыщенному каломельному $E = 0,208$ В; для хлоридсеребряного электрода $E^\circ = 0,290$ В. Концентрация хлорид-ионов (моль/дм³) в водном экстракте из ржаного хлеба равна:

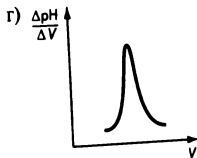
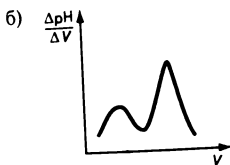
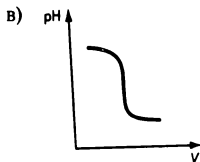
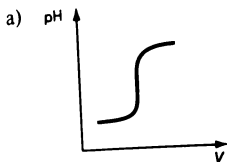
а) 0,0385;

б) 0,385;

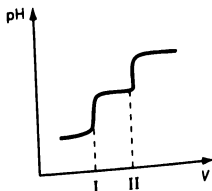
в) 3,85;

г) 0,0358.

1. К ионоселективным электродам относятся:
- стеклянные;
 - с твердыми ионитовыми мембранами;
 - на основе жидких ионитовых мембран;
 - все перечисленные выше.
2. Заменить многоточие в формулировке: при титровании раствора гидроксида натрия хлороводородной кислотой в качестве электрода сравнения неприменим электрод:
- хлоридсеребряный;
 - каломельный;
 - гидроксиртутный;
 - хингидронный.
3. Дифференциальная кривая титрования смеси хлороводородной и серной кислот имеет вид:



4. По результатам титрования смеси двух кислот (I и II) раствором гидроксида натрия построен график:



Из этого графика следует:

- кислота I характеризуется большей константой иониза-

б) кислота II характеризуется большей константой ионизации;

в) константы ионизации кислот I и II одинаковы;

г) характер зависимости $pH = f(V)$ не связан с константами ионизации титруемых кислот.

5. При титровании 20 см^3 маринада $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствором гидроксида натрия максимум на дифференциальной кривой титрования соответствует объем титранта $10,3 \text{ см}^3$. Концентрация (моль/дм³) уксусной кислоты в маринаде равна:

а) 0,050;

в) 0,515;

б) 0,0515;

г) 0,0255.

I-14

1. Закончить формулировку: натриевая или щелочная погрешность стеклянного электрода характеризует

а) результаты титрования при высоких содержаниях солей натрия в растворе;

б) погрешность при измерении pH в сильноокислой среде;

в) результаты определения в присутствии больших количеств щелочных и щелочноземельных металлов, солей аммония;

г) погрешность при измерении $pH < 11$.

2. Для потенциометрического титрования по реакции осаждения характерно:

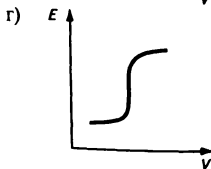
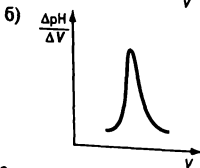
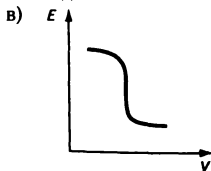
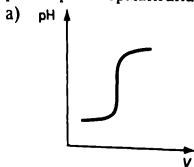
а) применение серебряного и хлоридсеребряного электродов;

б) возможность титрования смеси веществ;

в) возможность титрования окрашенных растворов;

г) применение стеклянного и каломельного электродов.

3. Интегральная кривая титрования раствора щавелевой кислоты раствором перманганата калия имеет вид:



4. Закончить формулировку: кривые потенциметрического титрования строят для
- измерения pH;
 - установления величины электродного потенциала;
 - нахождения объема титранта в точке стехиометричности;
 - установления констант ионизации кислот и оснований.
5. На потенциметрическое титрование сока до точки стехиометричности затрачивают $14 \text{ см}^3 0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Масса (мг) яблочной кислоты $\text{HOOCCHONCH}_2\text{COOH}$ в анализируемом соке равна:
- 93,8;
 - 46,9;
 - 0,469;
 - 49,6.

I-15

- Закончить формулировку: коэффициенты K в уравнении Нернста $E = \text{const} + \frac{RT}{nF} \ln[\text{H}^+] + K_1[\text{Na}^+] + K_2[\text{K}^+] + \dots$ — это...
- коэффициенты пропорциональности;
 - стехиометрические коэффициенты;
 - коэффициенты селективности электрода по отношению к определяемому иону на фоне мешающих ионов;
 - коэффициенты селективности электрода по отношению к мешающим ионам.
2. На кривой титрования смеси хлорида и иодида натрия раствором нитрата серебра имеются:
- два скачка на интегральной кривой титрования;
 - один максимум на дифференциальной кривой титрования;
 - один скачок на интегральной кривой титрования;
 - титрование невозможно.
3. При титровании хлороводородной кислотой смеси гидроксидов аммония и натрия первым оттитровывается:
- гидроксид натрия;
 - гидроксид аммония;
 - титруются одновременно;
 - титрование невозможно.
4. Закончить формулировку: на величину скачка на кривой титрования кислоты раствором гидроксида натрия не влияет
- концентрации титранта и титруемого раствора;
 - степень ионизации кислоты;
 - потенциал электрода сравнения;
 - температура раствора.
5. На потенциметрическое титрование 25 см^3 молока затрачивают $2,5 \text{ см}^3 0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Концентрация (моль/дм³) молочной кислоты $\text{CH}_2\text{CHONCOOH}$ в анализируемом молоке равна:

- а) 0,015;
б) 0,001;

- в) 0,1;
г) 0,01.

I-16

1. Заменить многоточие в формулировке: при титровании смеси галогеноводородных кислот последней оттитровывается ... кислота:

- а) фтороводородная; в) хлороводородная;
б) бромоводородная; г) иодоводородная.

2. Для работы со стеклянным электродом непригодна следующая среда:

- а) нейтральная; в) слабощелочная;
б) сильнощелочная; г) слабокислая.

3. Закончить формулировку: потенциал NO_3^- -селективного электрода при повышении содержания нитрата натрия в анализируемом растворе

- а) увеличивается; в) уменьшается;
б) остается постоянным; г) возрастает, затем уменьшается.

4. Число скачков на кривой титрования смеси хлороводородной и муравьиной кислот раствором гидроксида натрия равно:

- а) 3; в) 4;
б) 2; г) 1.

5. На титрование навески лапши массой 1,562 г затрачивают 12 см^3 0,020 моль/дм³ раствора нитрата серебра. Содержание [% (мас.)] NaCl в анализируемой лапше равно:

- а) 0,009; в) 90;
б) 0,9; г) 9,0.

I-17

1. Закончить определение: для определения ионов Fe^{2+} в водопроводной воде применяют реакцию

- а) гидролиза; в) комплексообразования;
б) окисления-восстановления; г) осаждения.

2. Заменить многоточие в формулировке: при определении уксусной кислоты методом косвенной потенциометрии применяют электрод:

- а) платиновый; в) стеклянный;
б) серебряный; г) Ca^{2+} -селективный.

3. Хлоридсеребряный электрод заполняют следующим раствором:

- а) хлорида натрия; в) хлорида калия;
б) сульфата натрия; г) бромида калия.

4. Закончить формулировку: наибольшее влияние на скачок потенциала при окислительно-восстановительном титровании оказывает...
- а) температура;
 - б) вид электрода;
 - в) способ титрования;
 - г) разность потенциалов окислителя и восстановителя.
5. На титрование раствора лимонной кислоты расходуют $11,2 \text{ см}^3 0,1342 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Масса (мг) лимонной кислоты в анализируемом растворе равна:
- а) 62,9;
 - б) 92,6;
 - в) 96,2;
 - г) 69,2.

I-18

1. Закончить формулировку: количество определяемого вещества в косвенной потенциометрии вычисляют
- а) по градуировочному графику;
 - б) методом внутреннего стандарта;
 - в) методом отдельных навесок;
 - г) методом добавок.
2. Заменить многоточие в формулировке: к электродам второго рода относится ...электрод:
- а) платиновый;
 - б) хингидронный;
 - в) серебряный;
 - г) хлоридсеребряный.
3. Основная причина, ограничивающая применение каломельного электрода следующая:
- а) высокая стоимость;
 - б) сложность конструкции;
 - в) токсичность;
 - г) нестабильность потенциала.
4. Заменить многоточие в формулировке : стеклянный электрод в водных растворах обменивает ион на ион H^+ :
- а) Li^+ ;
 - б) Na^+ ;
 - в) Ca^{2+} ;
 - г) SiO_3^{2-}
5. На титрование 20 см^3 раствора винной кислоты затрачивают $15,2 \text{ см}^3 0,1235 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида калия. Содержание (г/дм³) винной кислоты в анализируемом растворе равно:
- а) 7,40;
 - б) 7,04;
 - в) 4,70;
 - г) 4,07.

I-19

1. Заменить многоточие в формулировке: количество уксусной кислоты при потенциометрическом титровании смеси хлороводородной и уксусной кислот раствором гидроксида натрия вычисляют по ... на кривой титрования.
- а) первому скачку;
 - б) сумме скачков;
 - в) второму скачку;
 - г) среднему значению скачков.

2. При определении аскорбиновой кислоты (титрант — раствор KMnO_4) целесообразно применять следующий электрод:
- а) стеклянный;
 - б) платиновый;
 - в) серебряный;
 - г) ртутный.
3. Наибольший скачок потенциала на кривой титрования характерен для следующей системы:
- а) винная кислота — гидроксид натрия;
 - б) хлороводородная кислота — гидроксид натрия;
 - в) гидроксид аммония — хлороводородная кислота;
 - г) метиламин — уксусная кислота.
4. Закончить формулировку: внутреннее сопротивление потенциометра при измерении рН должно быть...
- а) малым;
 - б) равным нулю;
 - в) большим;
 - г) сопротивление потенциометра не влияет на измерение рН.
5. На титрование навески гидрокарбоната натрия массой 1,3582 г расходуют $15,6 \text{ см}^3 0,1106 \text{ моль/дм}^3$ хлороводородной кислоты. Содержание [% (мас.)] NaHCO_3 в анализируемом препарате равно:
- а) 11,5;
 - б) 10,7;
 - в) 12,7;
 - г) 10,2.

1-20

1. Закончить формулировку: элемент Вестона применяется для ...
 - а) повышения электропроводности раствора;
 - б) питания электронной схемы прибора;
 - в) получения стабильной разности потенциалов при электрических измерениях;
 - г) питания всего прибора.
2. При метрологических измерениях применяется следующий электрод:
 - а) стеклянный;
 - б) водородный;
 - в) платиновый;
 - г) серебряный.
3. Заменить многоточие в формулировке: платиновая чернь применяется в электроде:
 - а) платиновом;
 - б) серебряном;
 - в) водородном;
 - г) хлоридсеребряном.
4. Наибольшую погрешность измерения рН обуславливает следующий фактор:
 - а) повышение температуры на 1° ;
 - б) введение $0,5 \text{ моль/дм}^3$ раствора хлорида натрия;
 - в) уменьшение температуры на 5° ;
 - г) повышение давления на $0,3 \text{ атм.}$
5. Разности потенциалов стеклянного и хлоридсеребряного электродов относительно водородного электрода соответственно

- а) короткий срок работы;
- б) наличие в конструкции драгоценных металлов;
- в) нелинейность рабочей характеристики;
- г) хрупкость корпуса, механическая неустойчивость к вибрациям.

5. При титровании раствора масляной кислоты, полученного из 50,8365 г масла, затрачивают $10,1 \text{ см}^3$ $0,01113 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Содержание [% (мас.)] масляной кислоты в анализируемом масле равно:

- а) 0,0195;
- б) 0,0395;
- в) 0,0295;
- г) 0,0495.

1-23

1. Заменить многоточие в формулировке: постоянным значением $E^\circ_{\text{Hg}^{2+}/\text{Hg}}$ стабилизируется электрод:

- а) серебряный;
- б) Ca^{2+} -селективный;
- в) стеклянный;
- г) каломельный.

2. Закончить формулировку: стеклянный электрод хранят в ...

- а) хромовой смеси;
- б) $0,1 \text{ моль/дм}^3$ растворе HCl ;
- в) дистиллированной воде;
- г) $0,1 \text{ моль/дм}^3$ растворе NaOH .

3. Наибольшая нелинейность характеристики стеклянного электрода наблюдается в следующем интервале рН:

- а) 2—4;
- б) 8—11;
- в) 4—8;
- г) 11—13.

4. Иодный электрод эффективен для определения следующего иона:

- а) Ca^{2+} ;
- б) Br^- ;
- в) Na^+ ;
- г) K^+

5. На титрование 5 см^3 уксусной эссенции затрачивают $20,6 \text{ см}^3$ $0,2352 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида калия. Содержание (г/дм³) уксусной кислоты в анализируемой эссенции равно:

- а) 60,1;
- б) 58,1;
- в) 85,1;
- г) 68,1.

1-24

1. Заменить многоточие в формулировке: отдельный источник газа необходим для электрода:

- а) стеклянного;
- б) водородного;
- в) серебряного;
- г) каломельного.

2. Число отчетливых скачков рН на кривой потенциометрического титрования раствора ортофосфорной кислоты равно:

4. Для титрования раствора фенола применяется следующая система электролитов:

- а) гидроксид натрия — гидроксид калия;
- б) этанол — вода;
- в) хлороводородная кислота — бромид калия;
- г) хлорид натрия — бромид натрия.

5. При кулонометрическом титровании 10 см^3 хлороводородной кислоты генерированными ионами OH^- и силе тока 5 мА эквивалентное время составляет $10,5 \text{ мин}$. Титр кислоты (мг/см^3) равен:

- а) $0,001194$;
- б) $0,01194$;
- в) $0,1194$;
- г) $0,2388$.

II-2

1. Закончить формулировку: в основе амперостатического кулонометрического титрования находится

- а) электрохимическое превращение определяемого вещества;
- б) электрогенерация титранта, количественно реагирующего с определяемым веществом;
- в) химическое взаимодействие вспомогательного реагента и определяемого вещества;
- г) 100% -й выход по току.

2. Кривую кулонометрического титрования с амперостатической индикацией точки стехиометричности строят в координатах:

- а) сила тока — концентрация;
- б) потенциал — концентрация;
- в) потенциал — время электролиза;
- г) сила тока — время электролиза.

3. При анализе методом потенциостатической кулонометрии должно соблюдаться следующее условие:

- а) постоянство тока;
- б) постоянство потенциала;
- в) возможность потенциометрической индикации точки стехиометричности;
- г) наличие гальванического элемента.

4. При кулонометрическом титровании электроактивных веществ на генераторном электроде протекают следующие электрохимические реакции:

- а) восстановление или окисление вспомогательного реагента и определяемого вещества;
- б) восстановление вспомогательного реагента, окисление определяемого вещества;
- в) окисление вспомогательного реагента, восстановление определяемого вещества;
- г) окисление или восстановление определяемого вещества.

- а) восстановление на генераторном электроде вспомогательного реагента до промежуточного и его последующее взаимодействие с определяемым веществом;
- б) применение в качестве титранта только электроактивных веществ;
- в) выполнение анализа при токе электролиза большем, чем предельный ток определяемого вещества;
- г) проведение анализа при токе электролиза меньшем, чем предельный ток вспомогательного реагента.

2. В методе кулонометрического титрования применяются реакции:

- а) кислотно-основного взаимодействия;
- б) окисления-восстановления;
- в) осаждения и комплексообразования;
- г) все перечисленные.

3. Дифференциальную кривую кулонометрического титрования при потенциометрической индикации точки стехиометричности строят в координатах:

а) $\frac{\Delta E}{\Delta \tau} - V;$	в) $\frac{\Delta I}{\Delta V} - V;$
б) $\frac{\Delta E}{\Delta V} - V;$	г) $\frac{\Delta I}{\Delta \tau} - \tau.$

4. Общее количество электричества, затраченного на электропревращение определяемого вещества в методе потенциостатической кулонометрии, рассчитывают по формуле:

а) $Q =$	в) $Q = \frac{mf}{M};$
б) $Q = \frac{I_0}{2,303k};$	г) $Q = \frac{m}{k}.$

5. На кулонометрическое титрование пробы уксусной кислоты (молярная масса 60,05 г/моль) генерированными ионами OH^- при силе тока 5 мА затрачивают 7 мин. Масса (мг) кислоты в пробе равна:

- | | |
|----------|----------|
| а) 3,25; | в) 5,60; |
| б) 0,65; | г) 6,50. |

II-8

1. Закончить формулировку: генераторный электрод при кулонометрическом титровании предназначен для

- а) генерации титранта;
- б) измерения потенциала индикаторного электрода;
- в) измерения потенциала вспомогательного электрода;
- г) поддержания постоянства потенциала электрода сравнения.

2. По уравнению Фарадея рассчитывают:
- а) время анализа;
 - б) силу тока;
 - в) количество электричества;
 - г) массу электрохимически превращенного вещества.
3. Выход по току вычисляют по формуле:

$$а) A = \frac{Q_i}{\sum Q_i} 100(\%);$$

$$в) A = \frac{I_0}{I_{np}} 100(\%);$$

$$б) A = \frac{\sum Q_i}{Q_i} 100(\%);$$

$$г) A = \frac{I_{np}}{I_3} 100(\%).$$

4. Кулонометрическое титрование имеет следующие преимущества по сравнению с другими физико-химическими методами анализа:

- а) возможность анализа мутных растворов, определения вещества при одновременном протекании побочных электрохимических процессов;
- б) возможность инструментальной индикации точки стехиометричности, применение устойчивых реагентов;
- в) лучшие метрологические характеристики первичных стандартов, применение малоустойчивых реагентов;
- г) возможность определения окисленной и восстановленной форм вещества.

5. На кулонометрическое титрование 3,5 мг хлорид-ионов генерированными ионами Ag^+ затрачивают 5 мин. При этом сила тока (мА) равна:

$$а) 11,3;$$

$$в) 22,6;$$

$$б) 12,6;$$

$$г) 26,2.$$

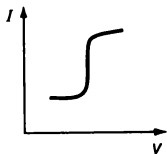
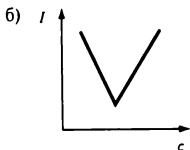
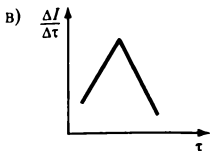
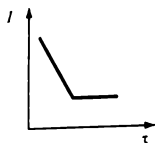
II-9

1. Закончить определение: кулонометрия — метод анализа, основанный на измерении
- а) объема титранта, израсходованного на титрование определяемого вещества;
 - б) времени электролиза;
 - в) количества электричества, затраченного на электрохимическую реакцию;
 - г) электропроводности раствора.
2. При определении кислотности раствора методом амперостатической кулонометрии в качестве фонового реагента применяется:
- а) K_2SO_4 ;
 - б) H_2O ;
 - в) C_2H_5OH ;
 - г) NH_4OH .
3. Закончить формулировку: при кулонометрическом титрова-

нии раствора тиосульфата натрия в качестве генерируемого электролита применяют...

- иодид калия в слабокислой среде;
- иод;
- дихромат калия в сильноокислой среде;
- сульфат натрия.

4. Кривая биамперометрического кулонометрического титрования иода раствором тиосульфата натрия имеет вид:



5. На кулонометрическое титрование пробы лимонной кислоты (молярная масса 192,1 г/моль) генерированными ионами OH^- при силе тока 5 мА затрачивают 10,5 мин. Масса (мг) лимонной кислоты в анализируемой пробе равна:

- 12,5;
- 105,5;
- 125,0;
- 155,0.

II-10

1. Закончить формулировку: выход по току — это отношение...

- тока электролиза к предельному току вспомогательного реагента;
- тока электролиза к предельному току определяемого вещества;
- предельного тока вспомогательного реагента к предельному току определяемого вещества;
- массы фактически выделившегося вещества к массе вещества, которое должно выделиться в соответствии с законом Фарадея.

2. Для измерения количества электричества предназначены приборы:

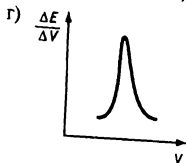
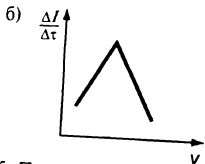
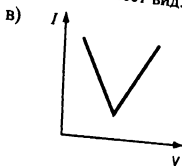
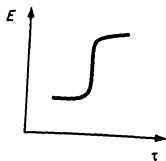
- а) кулонометр, генератор тока;
 б) амперостат, потенциостат;
 в) аккумулятор, расходомер;
 г) кондуктометр, гальванометр.

3. Закончить формулировку: для определения шавелевой кислоты методом кулонометрического титрования в качестве генерируемого электролита применяют...

- а) HCl ;
 б) Na_2SO_4 ;

- в) H_2SO_4 ;
 г) MnSO_4 .

4. Кривая кулонометрического титрования при потенциометрической индикации точки стехиометричности имеет вид:



5. При кулонометрическом потенциостатическом определении тиомочевины (молярная масса 76,12 г/моль) затрачивают 75 Кл электричества. Масса (мг) тиомочевины в растворе равна:

- а) 54,91;
 б) 5,91;

- в) 59,14;
 г) 51,94.

II-11

1. Закончить формулировку: в методе амперостатической кулонометрии для расчета количества электричества применяют формулу...

а) $Q = I\tau$;

в) $Q = \int_0^{\infty} I_0 e^{-k\tau} d\tau$;

б) $Q = \int_0^{\infty} I_{\tau} d\tau$;

г) $Q = \frac{I_0}{k}$.

2. Ошибка, допускаемая при определении хлороводородной кислоты методом кулонометрического титрования, состоит в следующем:

2. При расчете массы вещества в методе кулонометрического титрования измеряют:

- а) силу тока;
- б) время электролиза;
- в) концентрацию титранта;
- г) потенциал.

3. Закончить формулировку: для определения перманганата калия методом кулонометрического титрования в качестве генерируемого электролита применяют...

- а) FeSO_4 в растворе H_2SO_4 ;
- б) $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ в растворе H_2SO_4 ;
- в) Br_2 ;
- г) K_2SO_4 .

4. Погрешность метода кулонометрического титрования (%) составляет:

- а) 3—5;
- б) $(5 \div 1) \cdot 10^{-2}$;
- в) 2—3;
- г) $(5 \div 1) \cdot 10^{-3}$.

5. На кулонометрическое титрование раствора уксусной кислоты (молярная масса 60,05 г/моль) при силе тока 5 мА затрачивают 10 мин. Для сокращения времени электролиза до 2 мин требуется сила тока (мА), равная:

- а) 20;
- б) 2,5;
- в) 25;
- г) 50.

II-13

1. При кулонометрическом титровании с визуальным фиксированием конечной точки титрования применяется следующая система электродов:

- а) генераторный и индикаторный;
- б) ионоселективный и вспомогательный;
- в) генераторный и вспомогательный;
- г) индикаторный и электрод сравнения.

2. Ошибка, допускаемая при определении ионов Fe^{2+} методом потенциостатической кулонометрии, состоит в следующем:

- а) измерения проводят при контролируемом потенциале генераторного электрода;
- б) применяют электроды — генераторный (платиновый) и вспомогательный (стальной стержень);
- в) применяют вспомогательный реагент MnSO_4 ;
- г) предварительно снимают поляризационные кривые.

3. Для кулонометрического титрования антипирина в качестве генерируемого электролита применяют:

- а) NaClO_4 ;
- б) KBr ;
- в) FeSO_4 ;
- г) $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

4. Закончить формулировку: при определениях методом прямой кулонометрии измеряют

- а) силу тока;
- б) массу анализируемого вещества;
- в) объем титранта;
- г) время электролиза.

1. Закончить формулировку: при кулонометрическом титровании тиосульфата натрия применяется реакция...

- а) окисления—восстановления; в) комплексообразования;
 б) кислотно-основного взаимодействия; г) осаждения.

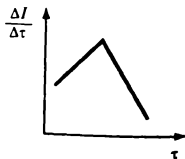
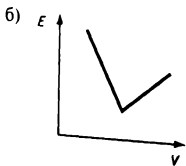
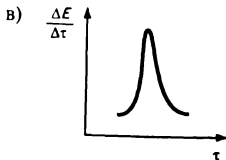
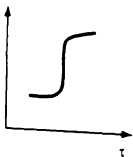
Кривую кулонометрического титрования с амперостатической индикацией точки стехиометричности строят в координатах:

- а) потенциал — концентрация;
 б) потенциал — время электролиза;
 в) сила тока — концентрация;
 г) сила тока — время электролиза.

При кулонометрическом титровании ионов Fe^{2+} в качестве генерируемого электролита применяют:

- а) Na_2SO_4 ; в) KBr в растворе HCl ;
 б) $MnSO_4$ в растворе H_2SO_4 ; г) $Na_2S_2O_3$.

4. Кривая кулонометрического титрования при амперостатическом установлении точки стехиометричности имеет вид:



5. На кулонометрическое титрование раствора аскорбиновой кислоты генерированными ионами Ag^+ при силе тока 5 мА затрачивают 1 мин. Масса (мг) кислоты в анализируемом растворе равна:

а) 547,4;
б) 54,74;

в) 574,4;
г) 544,7.

II-15

При кулонометрическом титровании хлоридов применяют реакцию осаждения;

а) осаждения;

б) кислотно-основного взаимодействия;

в) окисления—восстановления;

г) комплексообразования.

Закончить формулировку: в методе амперостатической кулонометрии время анализа при уменьшении силы тока ...

а) уменьшается;

в) увеличивается;

б) не зависит от силы тока;

г) практически не изменяется.

При кулонометрическом титровании фенола в качестве генерированного электролита применяют:

а) KBr в растворе HCl ;

в) MnSO_4 в растворе H_2SO_4 ;

б) K_2SO_4 ;

г) NaClO_4 .

Для расчета содержания вещества в растворе необходимы следующие данные:

а) сила тока, время электролиза;

в) сила тока, потенциал;

б) время электролиза, потенциал;

г) объем титранта, сила тока.

На кулонометрическое титрование пробы молочной кислоты (молярная масса 90,1 г/моль) генерированными ионами OH^- при силе тока 10 мА затрачивают 6,5 мин. Масса (мг) молочной кислоты в пробе равна:

а) 3,83;

в) 3,38;

б) 33,80;

г) 6,76.

II-16

Закончить формулировку: основное преимущество кулонометрического метода анализа состоит в

а) высокой селективности;

б) низких пределах обнаружения;

в) малой относительной погрешности определения;

г) большом числе определяемых веществ.

2. Заменить многоточие в формулировке: при амперометрическом титровании реагент образуется на ... электродах.

а) серебряном, золотом;

в) генераторном, платиновом;

б) водородном, цинковом;

г) стеклянном, сурьмяном.

2. Для кулонометрического титрования фенола применяют следующую систему электролитов:

а) $\text{HCl}-\text{H}_2\text{SO}_4$;

б) $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}-\text{H}_2\text{O}$;

в) $\text{KBr}-\text{HCl}$;

г) $\text{NH}_4\text{OH}-\text{NaOH}$.

3. Закончить формулировку: при кулонометрических измерениях стабилизируется...

а) напряжение на электроде;

б) электропроводность анализируемого раствора;

в) сопротивление анализируемого раствора;

г) сила тока, проходящего через раствор.

4. Для кулонометрического титрования в приборе имеется следующий блок:

а) стабилизатор;

б) реакционная ячейка;

в) вспомогательная ячейка;

г) электролитический мостик.

5. При титровании раствора молочной кислоты до точки стехиометричности пропускают ток силой 11,5 мА в течение 20 мин. Масса (мг) молочной кислоты в анализируемом растворе равна:

а) 29,1;

б) 12,9;

в) 92,1;

г) 19,2.

В-19

1. Закончить формулировку: количество электричества, пропущенного через раствор, находят ...

а) по объему выделяющегося на катоде водорода;

б) с применением ванадиевого кулонометра;

в) по массе серебра, выделившегося на катоде;

г) с применением электронного интегратора.

2. Наименьшей относительной погрешностью определения характеризуется следующий вариант кулонометрии:

а) прямая кулонометрия;

б) кулонометрическое титрование;

в) амперостатическая кулонометрия;

г) потенциометрическая кулонометрия.

3. Для кулонометрического титрования сильных кислот в качестве реагентов применяют:

а) этанол, непредельные спирты;

б) тетрахлорметан, кетоны, енолы;

в) сульфаты натрия и калия;

г) карбонат кальция, фосфаты щелочноземельных металлов.

4. Число Фарадея (Кл) равно:

а) 94690;

б) 96490;

в) 99460;

г) 90960.

5. Раствор, содержащий 5,85 мг хлорида натрия, титруют генерированными ионами Ag^+ при силе тока 10 мА. Продолжительность титрования (мин) составляет.

- а) 11,6;
б) 16,1;

- в) 15,6;
г) 17,1.

II-20

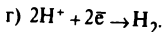
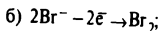
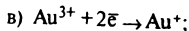
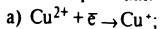
1. Закончить формулировку: кулонометрический метод часто применяется в качестве арбитражного, потому что характеризует-

- а) высокой селективностью;
б) низкими пределами обнаружения;
в) относительной погрешностью не более $\pm(0,1 + 0,05) \%$;
г) экспрессностью.

2. Броматометрическое титрование рекомендуется проводить кулонометрическим методом по следующей причине:

- а) достигается высокая селективность анализа;
б) исключается работа с токсичными растворами брома;
в) сокращается продолжительность анализа;
г) упрощается аппаратное оформление.

3. В кулонометрическом методе применяется следующая электрохимическая реакция:



4. Закончить формулировку: при кулонометрическом титровании возможна работа с высокотоксичным титрантом, поскольку...

- а) анализ легко автоматизируется;
б) размер установки мал;
в) титрант образуется в титруемом растворе и количественно расходуется;
г) титруют в среде инертного газа.

5. Для титрования раствора яблочной кислоты при силе тока 13,60 мА необходимо 19 мин. Сила тока (мА) при титровании такого же раствора в течение 10 мин равна:

а) 25,84;

в) 52,48;

б) 48,25;

г) 45,28.

II-21

1. Закончить формулировку: внешнее напряжение при анализе сложного объекта строго регулируют с целью

- а) исключения сильного нагрева;
б) недопущения побочных электрохимических реакций;
в) экономии электроэнергии;

г) предохранения объекта анализа от распада под действием электрического тока.

2. Закончить формулировку: для установления точки стехиометричности при образовании титранта по реакции $2\text{Br}^- - 2\text{e}^- \rightarrow \text{Br}_2$ применяют метод...

- а) внутреннего стандарта; в) потенциометрический;
б) градуировочного графика; г) отдельных навесок.

3. Существенные погрешности при кулонометрических определениях наиболее часто обуславливает следующая побочная электрохимическая реакция:

- а) $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-} + \text{e}^- \rightarrow \text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$; в) $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$;
б) $\text{Sn}^{4+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Sn}^{2+}$; г) $\text{Cu}^{2+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Cu}^+$

4. Для изготовления рабочей части вспомогательного электрода применяются:

- а) ситаллы, фарфор; в) кварц, стекло;
б) золото, серебро; г) медь, цинк.

5. При титровании винной кислоты в образце пищевого продукта массой 5,7380 г в течение 30 мин пропускают ток силой 36,5 мА. Содержание [% (мас.)] винной кислоты в анализируемом образце равно:

- а) 0,908; в) 0,809;
б) 0,980; г) 0,890.

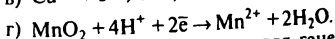
II-22

1. Закончить формулировку: генераторный электрод предназначен для

- а) генерирования электрического тока;
б) генерирования реагента для титрования;
в) выполнения функции вспомогательного электрода;
г) увеличения напряженности электрического поля.

2. При кулонометрических определениях применяют следующую электрохимическую реакцию:

- а) $\text{Cr}^{3+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Cr}^{2+}$;
б) $\text{Fe}^{3+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^{2+}$;
в) $\text{Cu}^{2+} + \text{e}^- \rightarrow \text{Cu}^+$;



3. Закончить формулировку: для генерирования титранта при определении хлороводородной кислоты применяют...

- а) этанол, кетоны;
б) серную кислоту, фосфорный ангидрид;
в) углеводороды, альдегиды;
г) сульфаты натрия и калия.

4. Для измерения количества электричества, пропущенного через раствор, предназначен:

4. Закончить формулировку: преимущество кондуктометрических определений при переменном токе состоит в...

- а) предотвращении поляризации электродов;
- б) повышении электропроводности растворов;
- в) уменьшении электропроводности растворов;
- г) отсутствии ионизации определяемого вещества.

5. На кондуктометрическое титрование уксусной кислоты расходуют $5,5 \text{ см}^3$ $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Масса (мг) уксусной кислоты в анализируемой пробе равна:

- а) 33,0;
- б) 16,5;
- в) 33,04;
- г) 3,30.

III-2

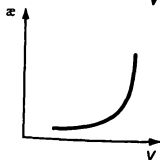
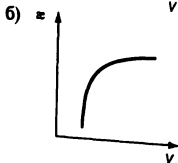
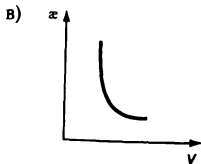
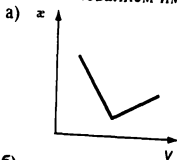
1. Закончить формулировку: косвенная кондуктометрия применяется для установления

- а) физико-химических констант по величине электропроводности;
- б) концентрации раствора по величине его электропроводности с использованием градуировочного графика;
- в) количества вещества в пробе и объема титранта в точке стехиометричности по изменению электропроводности раствора;
- г) констант электролитической ячейки.

2. Методом кондуктометрического титрования определяют следующее вещество:

- а) глицерин;
- б) метанол;
- в) глюкозу;
- г) хлорид натрия.

3. Кривая кондуктометрического титрования слабой кислоты сильным основанием имеет вид:



4. Закончить формулировку: при кондуктометрическом титровании муравьиной кислоты применяется реакция...
- окисления-восстановления;
 - кислотно-основного взаимодействия;
 - комплексообразования;
 - осаждения.

5. На кондуктометрическое титрование пробы расходуют 4 см^3 $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствора нитрата серебра. Масса (мг) хлорид-ионов в пробе равна:

- 14,0;
- 2,8;
- 0,7;
- 1,4.

III-3

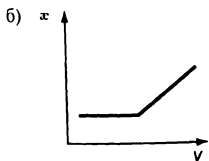
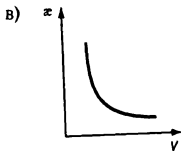
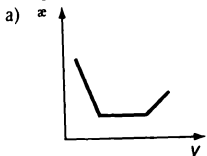
1. Закончить формулировку: на величину удельной электропроводности раствора влияют природа вещества, а также

- температура, концентрация;
- температура;
- концентрация;
- окраска раствора.

2. Методом прямой кондуктометрии решают следующую задачу:

- анализ многокомпонентных систем;
- определение солей в присутствии сильных кислот;
- анализ растворов однокомпонентных электролитов;
- определение солей в присутствии щелочей.

3. Кривая титрования смеси муравьиной и хлороводородной кислот раствором гидроксида натрия имеет вид:



4. Размерность эквивалентной электропроводности:

- Ом см ;
- $\text{Ом}^{-1} \text{ см}^{-1}$;
- Ом^{-1} ;
- $\text{Ом}^{-1} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^2$.

5. На кондуктометрическое титрование экстракта расходуют $2,2 \text{ см}^3$ $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Масса (мг) масляной кислоты $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$ в анализируемом экстракте равна:

- а) 9,68;
б) 6,98;

- в) 4,84;
г) 0,968.

III-4

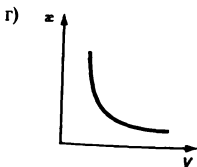
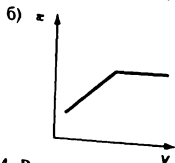
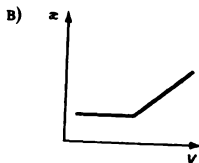
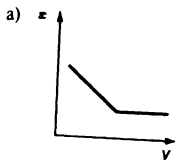
1. Закончить формулировку: преимущество кондуктометрического титрования по сравнению с визуальным состоит в...

- а) высокой точности;
б) отсутствии мешающего влияния посторонних ионов;
в) возможности титрования окрашенных и мутных растворов;
г) экспрессности анализа.

2. Кондуктометрическим методом определяют следующие вещества:

- а) бромид натрия, лимонную кислоту; в) глицерин, ацетон;
б) сахарозу, лактозу; г) этанол, пропанол.

3. Кривая титрования молочной кислоты раствором гидроксида натрия имеет вид:



4. Размерность постоянной ячейки для кондуктометрического титрования:

- а) Ом;
б) Ом · см;
в) Ом⁻¹;
г) Ом · см⁻¹.

5. При титровании 10 см^3 раствора валериановой кислоты $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$ $0,02 \text{ моль/дм}^3$ раствором NaOH кривая кондуктометрического титрования имеет вид:



Концентрация (моль/дм³) валериановой кислоты в анализируемом растворе равна:

а) 0,70;
б) 0,007;

в) 0,070;
г) 0,035.

III-5

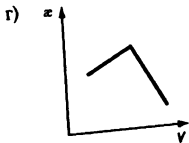
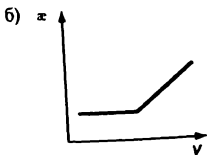
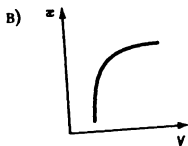
1. Закончить формулировку: в кондуктометрических измерениях применяется источник переменного тока, потому что при этом...

- а) точно фиксируется электропроводность;
- б) устраняется электролиз и поляризация электродов;
- в) возможно применение нуль-прибора как гальванометра;
- г) устраняется ионизация определяемого вещества в растворе.

2. Методом кондуктометрического титрования определяют:

- а) гидроксид аммония;
- б) глюкозу;
- в) ацетон;
- г) парафин.

3. Кривая титрования уксусной кислоты гидроксидом аммония имеет вид:



4. Закончить формулировку: при кондуктометрическом титровании раствора винной кислоты применяется реакция...

- а) окисления-восстановления; в) комплексообразования;
 б) осаждения; г) кислотно-основного взаимодействия.

5. На кондуктометрическом титровании 10 см^3 молока до точки стехиометричности затрачивают $3,2 \text{ см}^3$ $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствора комплексона III. Суммарное содержание (ммоль/дм^3) кальция и магния в молоке равно:

- а) 3,2; в) 32,0;
 б) 0,32; г) 0,032.

III-6

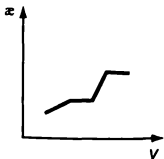
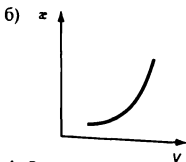
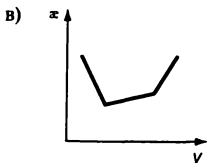
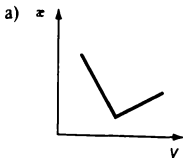
1. Закончить формулировку: кондуктометрическим методом определяют...

- а) тетрахлорметан; в) пропионовую кислоту;
 б) мальтозу; б) толуол.

2. Методом прямой кондуктометрии решают следующую задачу:

- а) анализ двухкомпонентных растворов;
 б) определение солей в присутствии сильных оснований и кислот;
 в) анализ однокомпонентных растворов электролитов;
 г) анализ солей в присутствии щелочей.

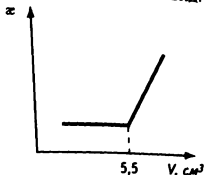
3. Кривая кондуктометрического титрования смеси муравьиной и уксусной кислот раствором гидроксида натрия имеет вид:



4. Закончить формулировку: электроды в ячейках для кондуктометрического титрования изготавливают из ...

- а) стекла;
- б) платины и других благородных металлов;
- в) чистого железа;
- г) стали.

5. При титровании пробы β -гидроксимасляной кислоты $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{COOH}$ 0,05 моль/дм³ раствором гидроксида натрия кондуктометрическая кривая имеет вид:



Масса (мг) кислоты в анализируемой пробе равна:

- а) 28,875;
- б) 0,2887;
- в) 14,4375;
- г) 20,875.

III-7

1. Закончить формулировку: метод кондуктометрического титрования неприменим для определения...

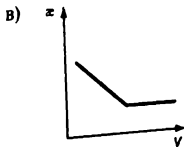
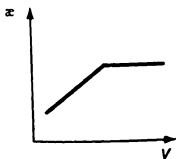
- а) уксусной кислоты;
- б) сульфата железа;
- в) гидроксида аммония;
- г) бензола.

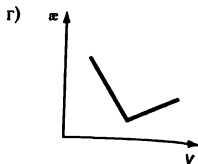
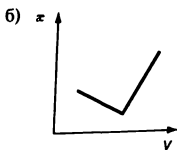
2. Постоянную кондуктометрической ячейки рассчитывают по формулам:

а) $K = \frac{\alpha}{R}$ или $K = IS$; в) $K = \alpha R$ или $K = IS$;

б) $K = \frac{\alpha}{R}$ или $K = \frac{l}{S}$; г) $K = \alpha R$ или $K = \frac{l}{S}$.

3. Кривая титрования муравьиной кислоты гидроксидом аммония имеет вид:





4. Закончить формулировку: на сопротивление раствора влияют природа растворенного вещества и...

- природа растворителя, температура, концентрация раствора;
- температура;
- концентрация раствора;
- окраска раствора.

5. На титрование 50 см^3 смеси хлороводородной и муравьиной кислот до первой точки стехиометричности расходуют 3 см^3 , до второй — 8 см^3 $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Массы (г) кислот в 1 дм^3 анализируемого раствора соответственно равны:

- $0,219$ и $0,460$;
- $0,249$ и $0,360$;
- $0,219$ и $0,640$;
- $0,249$ и $0,460$.

III-8

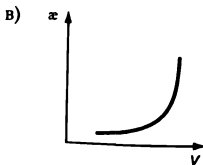
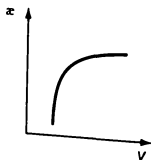
1. Факторы, влияющие на величину предельной эквивалентной электропроводности раствора:

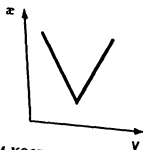
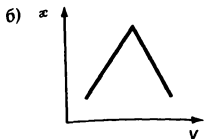
- концентрация электролита, температура;
- концентрация электролита, pH раствора;
- температура, окраска раствора;
- природа электролита, температура.

2. Закончить формулировку: кондуктометрическим методом определяют...

- глицерин;
- лимонную кислоту;
- пропанол;
- лактозу.

3. Кривая титрования смеси муравьиной и хлороводородной кислот раствором гидроксида натрия имеет вид:





4. Закончить формулировку: методом косвенной кондуктометрии устанавливают

- рН растворов;
- концентрацию титранта;
- массу анализируемого вещества;
- объем раствора, затраченный на титрование в точке стехиометричности.

5. На титрование смеси хлороводородной и уксусной кислот до первой точки стехиометричности расходуют 15 см^3 , до второй — 21 см^3 $0,025 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Массы (мг) кислот в анализируемом растворе соответственно равны:

- 13,69 и 9,00;
- 6,85 и 4,50;
- 13,69 и 4,50;
- 16,69 и 9,00.

III-9

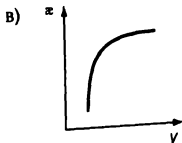
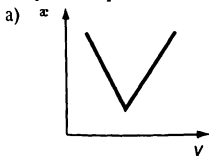
1. Закончить формулировку: сравнительно редкое применение метода прямой кондуктометрии в лабораторной практике обусловлено...

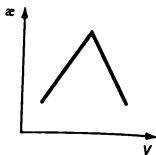
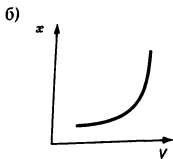
- влиянием концентрации раствора на электропроводность;
- зависимостью электропроводности от температуры;
- зависимостью электропроводности от примесей в анализируемом растворе;
- отсутствием прямой зависимости удельной электропроводности от концентрации.

2. Закончить формулировку: кондуктометрическим методом нельзя определить...

- хлорид натрия;
- ацетат свинца;
- гидроксид аммония;
- глюкозу.

3. Кривая титрования смеси пропионовой и уксусной кислот раствором гидроксида натрия имеет вид:





4. Для расчета подвижности ионов необходимы следующие данные:

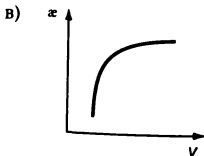
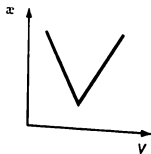
- а) эквивалентная электропроводность и степень ионизации;
- б) зависимость эквивалентной электропроводности от концентрации раствора;
- в) число Фарадея и степень ионизации;
- г) абсолютные скорости движения ионов и число Фарадея.

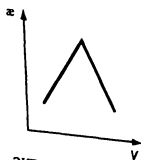
5. На кондуктометрическое титрование пропионовой кислоты затрачивают $8,2 \text{ см}^3$ $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида калия. Масса (мг) кислоты в анализируемой пробе равна:

- а) 30,34;
- б) 0,03034;
- в) 15,17;
- г) 0,3034.

III-10

1. Кондуктометрическим методом определяют:
 - а) β -гидроксимасляную кислоту;
 - б) гексанол;
 - в) гексан;
 - г) бензол.
2. Основное требование к электролитической ячейке:
 - а) изготовление ячейки из стекла;
 - б) термостатирование;
 - в) перемешивание;
 - г) изготовление электродов из платиновой сетки.
3. Кривая титрования винной кислоты гидроксидом аммония имеет вид:





4. Удельная электропроводность (α), эквивалентная электропроводность (λ) и число молей в 1 см^3 раствора (n) связаны следующим соотношением:

а) $\alpha = \frac{\lambda}{n}$;

в) $\alpha = \frac{\lambda \cdot 1000}{n}$;

б) $\alpha = \frac{\lambda}{n \cdot 1000}$;

г) $\alpha = \lambda n$.

5. При титровании 10 см^3 раствора лимонной кислоты $0,02 \text{ моль/дм}^3$ раствором гидроксида калия точка стехиометричности на кондуктометрической кривой титрования соответствует 1 см^3 титранта. Концентрация анализируемого раствора лимонной кислоты (моль/дм^3) равна:

а) $0,02857$;

в) $0,01429$;

б) $0,00286$;

г) $0,03857$.

III-11

Методом кондуктометрии определяют:

а) этанол;

в) мальтозу.

б) нитрат серебра;

г) фенол.

2. Закончить формулировку: на постоянную электролитической ячейки влияют...

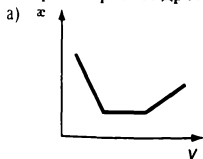
а) концентрация электролита, pH раствора;

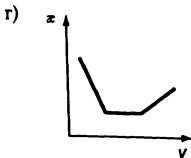
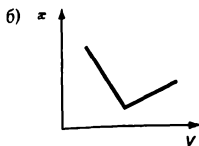
б) геометрические размеры электродов и расстояние между ними;

в) температура раствора, присутствие посторонних веществ;

г) состав анализируемого раствора и его окраска.

3. Кривая титрования смеси муравьиной и хлороводородной кислот раствором гидроксида натрия имеет вид:





4. Закончить формулировку: вид кондуктометрической кривой титрования определяется...

- а) подвижностью ионов; в) температурой раствора;
 б) рН раствора; г) природой растворителя.

5. На титрование водного экстракта сыра расходуют $8,5 \text{ см}^3$ $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора нитрата серебра. Масса (мг) хлоридов в экстракте равна:

- а) 15,00; в) 15,50;
 б) 0,15; г) 31,00.

III-13

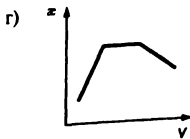
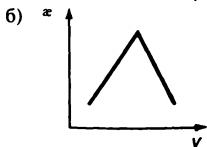
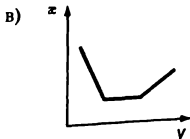
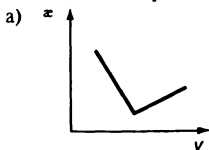
1. Методом кондуктометрического титрования нельзя определить:

- а) хлорид кальция; в) фруктозу;
 б) пропионовую кислоту; г) гидроксид аммония.

2. Закончить формулировку: метод прямой кондуктометрии неприменим для анализа...

- а) растворов индивидуальных электролитов;
 б) окрашенных растворов с постоянным содержанием примесей;
 в) сложных смесей переменного состава;
 г) дистиллированной воды.

3. График, соответствующий замещению более подвижного иона на менее подвижный при кондуктометрическом титровании, имеет вид:



4. Закончить формулировку: предельная электропроводность зависит от...

- а) концентрации электролита, температуры;
- б) концентрации электролита, pH раствора;
- в) природы электролита, объема раствора;
- г) природы электролита, температуры.

5. На титрование анализируемой пробы пропионовой кислоты затрачивают 12 см^3 $0,05 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Масса (г) пропионовой кислоты в пробе равна:

- а) $6 \cdot 10^{-3}$;
- б) $6 \cdot 10^{-4}$;
- в) $6 \cdot 10^{-2}$;
- г) $3 \cdot 10^{-4}$.

III-14

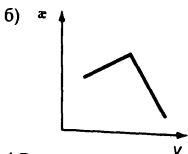
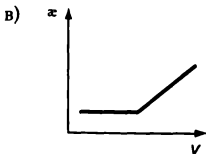
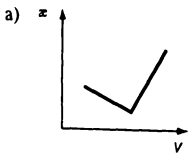
1. Закончить формулировку: метод кондуктометрического титрования основан на...

- а) измерении электропроводности раствора;
- б) зависимости силы тока от приложенного напряжения;
- в) зависимости силы тока от концентрации электролита;
- г) способности ионов восстанавливаться или окисляться на электродах.

2. Методом кондуктометрического титрования определяют:

- а) глицерин;
- б) метанол;
- в) мальтозу;
- г) сульфат натрия.

3. График, описывающий изменение удельной электропроводности при титровании уксусной кислоты раствором гидроксида натрия, имеет вид:



4. Размерность эквивалентной электропроводности:

- а) $\text{Ом} \cdot \text{см} \cdot \text{моль}^{-1}$;
- б) $\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см} \cdot \text{моль}$;
- в) $\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см} \cdot \text{моль}^{-1}$;
- г) $\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1} \cdot \text{моль}$.

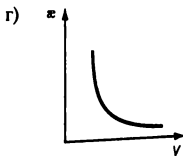
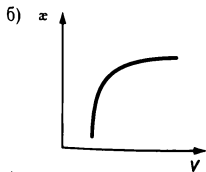
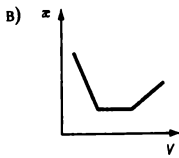
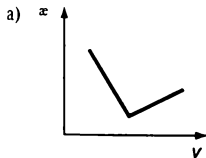
5. На титрование смеси муравьиной и хлороводородной кислот до первой точки стехиометричности расходуют 10 см^3 , до второй — 16 см^3 $0,02 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Массы кислот в анализируемом растворе соответственно равны:
- 8,30 и 5,40;
 - 3,65 и 0,54;
 - 7,30 и 5,40;
 - 7,30 и 4,50.

III-15

1. Закончить определение: косвенная кондуктометрия — это метод установления...

- физико-химических констант по величине электропроводности;
 - концентрации раствора по величине его электропроводности с применением градуировочного графика;
 - количественного состава раствора, в котором точку стехиометричности устанавливают по изменению электропроводности раствора;
 - константы кондуктометрической ячейки.
2. Преимущество высокочастотного титрования по сравнению с кондуктометрическим:
- экспрессность;
 - отсутствие контакта электродов с раствором;
 - высокая точность;
 - простота аппаратуры.

3. Кривая кондуктометрического титрования смеси серной и хлороводородной кислот раствором гидроксида натрия имеет вид:



4. Закончить формулировку: эквивалентная электропроводность раствора при бесконечном разбавлении ...

- а) увеличивается;
 б) остается неизменной;
 в) уменьшается;
 г) стремится к постоянному значению.
5. На кондуктометрическое титрование раствора бензойной кислоты расходуют $3,1 \text{ см}^3$ $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия. Масса (мг) бензойной кислоты в анализируемом растворе равна:
- а) 3,782;
 б) 7,564;
 в) 0,3782;
 г) 0,003782.

III-16

1. Закончить формулировку: основной фактор, влияющий на константу ячейки, это
- а) напряжение в сети питания;
 б) концентрация электролита в анализируемом растворе;
 в) температура раствора в ячейке;
 г) площадь электродов.
2. Единицы измерения сопротивления растворов:
- а) амперы, миллиамперы, килоамперы;
 б) омы, килоомы, мегаомы;
 в) вольты, милливольты, микровольты;
 г) эрстеды, микроэрстеды.
3. К измеряемым электрическим параметрам относится:
- а) напряжение на электродах;
 б) сила тока в анализируемом растворе;
 в) мощность тока, протекающего через ячейку;
 г) электропроводность анализируемого раствора.
4. Для изготовления электродов применяют:
- а) серебро, медь, цинк;
 б) сурьму, кадмий;
 в) платину, кадмий;
 г) сплавы хрома и никеля.
5. Сопротивление раствора хлорида калия, находящегося между электродами, $R = 12 \cdot 10^3 \text{ Ом}$; $\kappa_{\text{KCl}} = 0,01128 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$. Константа кондуктометрической ячейки (см^{-1}) равна:
- а) 125,12;
 б) 145,37;
 в) 135,36;
 г) 115,12.

III-17

1. Заменить многоточие в формулировке: наибольшей подвижностью характеризуются ...ионы:
- а) гидроксил-, ферроцианид-;
 б) оксалат-, перхлорат-, формиат-;

- б) хлорид-, бромид-, нитрат-; г) карбонат-, гидрокарбонат.
2. При кондуктометрическом титровании смеси уксусной и хлороводородной кислот раствором гидроксида натрия применяется реакция:
- а) окисления—восстановления; в) осаждения;
б) комплексообразования; г) кислотно-основного взаимодействия.
3. Основное техническое преимущество высокочастотного титрования состоит в следующем:
- а) возможно титрование сильных кислот;
б) непосредственно в анализируемый раствор электроды не погружают;
в) упрощается техника выполнения анализа;
г) устраняется влияние примесей, содержащихся в пробе.
4. Закончить формулировку: кривую кондуктометрического титрования смеси хлороводородной и муравьиной кислот характеризует...
- а) наличие одного излома; в) наличие двух изломов;
б) параболическая форма; г) синусоидная форма.
5. Сопротивление раствора хлорида калия, находящегося между электродами, $R = 5 \cdot 10^3 \text{ Ом}$; $\kappa_{\text{KCl}} = 0,01128 \cdot \text{Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$. Константа кондуктометрической ячейки (см^{-1}) равна:
- а) 56,40; в) 45,42;
б) 65,41; г) 48,40.

III-18

1. Закончить формулировку: кривая кондуктометрического титрования смеси хлороводородной и азотной кислот имеет форму
- а) синусоиды; в) прямой с одним изломом;
б) параболы; г) полукруга без изломов.
2. Метод прямой кондуктометрии неприменим для определения следующих соединений:
- а) сильные кислоты и их соли;
б) растворимые натриевые соли слабых кислот;
в) спирты, углеводороды;
г) сильные основания и их соли.
3. Наибольшей подвижностью характеризуются катионы:
- а) водород, калий, аммоний;
б) литий, натрий, никель;
в) третичных аммониевых оснований;
г) щелочноземельных элементов.
4. Закончить формулировку: мост Уинстона предназначен для ...

- а) компенсации постоянного тока;
- б) перемещения подвижного контакта переменного резистора;
- в) применения электронного мультимера;
- г) прямого измерения сопротивления анализируемого раствора.

5. Сопротивление раствора $R = 2,5 \cdot 10^3 \text{ Ом}$, константа ячейки $46,7 \text{ см}^{-1}$. Удельная электропроводность раствора ($\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$)

равна:

- а) 0,01618;
- б) 0,01868;
- в) 0,01785;
- г) 0,01986.

III-19

1. Закончить формулировку: кривая кондуктометрического титрования водного раствора ортофосфорной кислоты

- а) не имеет заметных изломов;
- б) имеет два четких излома;
- в) имеет ступенчатый характер;
- г) образует замкнутую фигуру.

2. Для кондуктометрического титрования гидроксида аммония применяется реакция:

- а) кислотно-основного взаимодействия;
- б) комплексообразования;
- в) окисления-восстановления;
- г) осаждения.

3. Закончить формулировку: при кондуктометрических измерениях применяется...

- а) постоянный ток с небольшими изменениями;
- б) переменный ток;
- в) пульсирующий ток высокого напряжения;
- г) импульсный ток.

4. Для покрытия медных электродов применяются следующие металлы:

- а) цинк, кадмий, железо;
- б) золото, платина, палладий;
- в) серебро, алюминий;
- г) никель, хром, марганец.

5. Сопротивление раствора $R = 1,6 \cdot 10^3 \text{ Ом}$, константа ячейки $53,4 \text{ см}^{-1}$. Удельная электропроводность раствора ($\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$)

равна:

- а) 0,04237;
- б) 0,05337;
- в) 0,03237;
- г) 0,03337.

III-20

1. Закончить формулировку: кривая кондуктометрического титрования серной кислоты имеет форму ...

4. Основные преимущества метода косвенной кондуктометрии по сравнению с прямой состоят в следующем:

- а) экспрессность, объективность;
- б) высокая точность, воспроизводимость;
- в) низкие пределы обнаружения неэлектролитов, селективность;
- г) простота аппаратного оформления, надежность.

5. Молярная эквивалентная электропроводность (См · см²/моль) раствора ацетата серебра равна:

- а) 108,2;
- б) 105,8;
- в) 106,2;
- г) 102,8.

III-22

1. Закончить формулировку: наибольшей электропроводностью характеризуются растворы

- а) спиртов, кетонов, альдегидов;
- б) нитритов и сульфатов щелочных металлов;
- в) галогенидов магния и кальция;
- г) сильных кислот и оснований.

2. Закончить формулировку: кривая кондуктометрического титрования смеси гидроксидов натрия и калия хлороводородной кислотой характеризуется...

- а) отсутствием изломов;
- б) наличием двух или трех изломов;
- в) наличием одного излома;
- г) синусоидальной формой.

3. Основные преимущества метода прямой кондуктометрии заключаются в следующем:

- а) экспрессность и надежность;
- б) высокая точность и воспроизводимость;
- в) низкие пределы обнаружения неэлектролитов;
- г) селективность и точность определения органических веществ.

4. Закончить формулировку: кондуктометром с отключенной ячейкой измеряют

- а) силу тока;
- б) напряжение на электродах;
- в) сопротивление;
- г) мощность электрического тока.

5. Молярная эквивалентная электропроводность (См · см²/моль) раствора, содержащего ион Вг⁻, равна:

- а) 161,7;
- б) 151,7;
- в) 141,5;
- г) 161,5.

III-23

1. Закончить формулировку: в кондуктометрической ячейке применяют платиновые электроды, потому что платина ...

3. Для кривой кондуктометрического титрования раствора гидроксида аммония раствором уксусной кислоты характерно следующее:

- а) один излом;
- б) форма синусоиды;
- в) отсутствие изломов и скачков;
- г) прямолинейная форма.

4. Закончить формулировку: к объектам кондуктометрического определения относятся...

- а) углеводороды и ароматические спирты;
- б) нормальные спирты и альдегиды;
- в) кетоны, фенолы, нитросоединения;
- г) карбоновые кислоты, предельные амины.

5. Излом на кривой титрования раствора, содержащего 1,2430 г поваренной соли, соответствует $15,8 \text{ см}^3 0,1534 \text{ моль/дм}^3$ раствора AgNO_3 . Содержание [% (мас.)] NaCl в поваренной соли равно:

- а) 14,11;
- б) 11,41;
- в) 41,11;
- г) 11,14.

IV. АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

IV-1

1. Координаты кривой амперометрического титрования:

- а) $I = f(E)$;
- б) $I = f(R)$;
- в) $E = f(I)$;
- г) $I = f(I)$.

2. Основное преимущество амперометрического титрования по сравнению с полярографией:

- а) экспрессность;
- б) более низкие пределы обнаружения;
- в) селективность;
- г) точность.

3. Закончить определение: поляризацией называется ...

- а) изменение равновесного электродного потенциала при прохождении через электрод постоянного электрического тока;
- б) разность потенциалов индикаторного электрода и электрода сравнения;
- в) изменение потенциала индикаторного электрода;
- г) изменение электропроводности титруемого раствора при изменении объема титранта.

4. Закончить формулировку: солевой фон при амперометрическом титровании предназначен для

- а) нивелирования миграционного тока;
- б) снижения диффузионного тока;
- в) ускорения титрования;
- г) расширения выбора титрантов.

5. На титрование раствора тиомочевинины NH_2SCNH_2 (молярная масса $76,12 \text{ г/моль}$) затрачивают 5 см^3 $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$. Масса (г) тиомочевинины в анализируемом растворе равна:

а) $3 \cdot 10^{-3}$;
б) $9 \cdot 10^{-1}$;

в) $9 \cdot 10^{-3}$;
г) $9 \cdot 10^{-2}$.

IV-2

1. Электрод сравнения для амперометрического титрования:
 - а) платиновый;
 - б) слой ртути на дне электролитической ячейки;
 - в) водородный;
 - г) ионоселективный.
2. Закончить формулировку: амперометрический метод анализа основан на измерении
 - а) электропроводности раствора;
 - б) равновесных электродных потенциалов;
 - в) поляризации микроэлектрода;
 - г) количества электричества, израсходованного на электрохимическое превращение вещества.
3. Закончить формулировку: на результат амперометрического титрования растворенный кислород ...
 - а) влияет при $E_{1/2}$ определяемого вещества более $-0,2 \text{ В}$;
 - б) влияет при $E_{1/2}$ определяемого вещества менее $-0,2 \text{ В}$;
 - в) не влияет;
 - г) оказывает мешающее действие при всех значениях $E_{1/2}$.
4. Заменить многоточие в формулировке: уравнение Ильковича находится в основе метода анализа:
 - а) полярографического;
 - б) кулонометрического;
 - в) потенциометрического;
 - г) кондуктометрического.
5. На титрование экстракта амилозы (молярная масса $3 \cdot 10^5 \text{ г/моль}$) затрачивают 5 см^3 $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствора иода. Масса (г) амилозы в экстракте равна:
 - а) 30;
 - б) 3,0;
 - в) 300;
 - г) 15.

IV-3

1. Заменить многоточие в формулировке: амперометрическое титрование относится к методу анализа:
 - а) кондуктометрическому;
 - б) потенциометрическому;
 - в) кулонометрическому;
 - г) полярографическому.
2. Селективность амперометрического титрования обеспечивается следующим фактором:

- а) природой титранта;
- б) объемом титранта;
- в) потенциалом индикаторного электрода;
- г) аппаратным оформлением.

3. Прибор, применяемый при амперометрическом титровании:

- а) потенциометр;
- б) рН-метр;
- в) полярграф;
- г) кондуктометр.

4. Закончить формулировку: амперометрическое титрование отличается от биамперометрического...

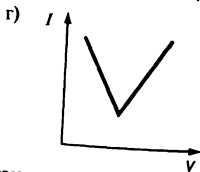
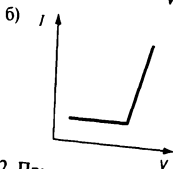
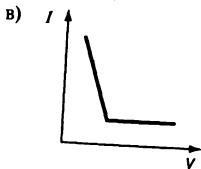
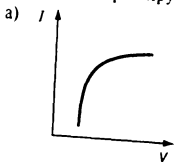
- а) измерением тока с одним индикаторным электродом;
- б) последовательным измерением диффузионного тока;
- в) применением двух индикаторных электродов;
- г) отсутствием миграционного тока.

5. На титрование раствора тиомочевины NH_2SCNH_2 (молярная масса 76,12 г/моль), содержащего 5 г препарата, расходуют 2 см³ раствора $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ с титром 0,01525 г/см³. Содержание [% (мас.)] тиомочевины в анализируемом препарате равно:

- а) 6,0;
- б) 0,60;
- в) 0,30;
- г) 0,06.

IV-4

1. Кривая амперометрического титрования при потенциале восстановления реагирующих веществ имеет вид:



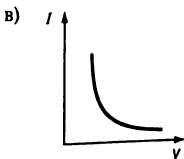
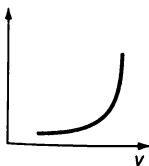
2. При амперометрическом титровании преобладают процессы:

- а) осаждение, комплексообразование;
- б) кислотно-основное взаимодействие, восстановление;
- в) окисление, кислотно-основное взаимодействие;
- г) комплексообразование, кислотно-основное взаимодействие.

3. Закончить формулировку: миграционный ток устраняется...
- а) выбором электрода;
 - б) введением солевого фона;
 - в) применением твердого электрода;
 - г) применением вращающегося электрода.
4. Закончить формулировку: область потенциалов при применении платинового электрода ограничена ...
- а) при положительном потенциале;
 - б) при отрицательном потенциале;
 - в) формой электрода;
 - г) нет ограничений.
5. На титрование амилозы в экстракте затрачивают 3 см^3 раствора иода с титром $0,02966 \text{ г/см}^3$. Масса (г) амилозы в анализируемом экстракте равна:
- а) 21,15;
 - б) 215,1;
 - в) 10,2;
 - г) 211,5.

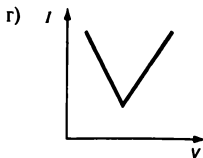
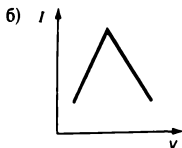
IV-5

1. Заменить многоточие в формулировке: потенциал индикаторного электрода при амперометрическом титровании должен быть определяемого иона:
- а) меньше $E_{1/2}$;
 - б) больше $E_{1/2}$;
 - в) равным $E_{1/2}$;
 - г) значительно меньшим $E_{1/2}$.
2. Закончить формулировку: преимущество амперометрического титрования разбавленных растворов по сравнению с потенциометрическим состоит в
- а) экспрессности;
 - б) селективности;
 - в) более низких пределах обнаружения;
 - г) возможности титрования в присутствии раствора соли.
3. Кривая амперометрического титрования ионов Pb^{2+} раствором сульфата натрия имеет вид:



IV-8

1. Кривая амперометрического титрования по току определяемого вещества имеет вид:



2. Интервал концентраций растворов (моль/дм³), анализируемых методом амперометрического титрования:

а) $10^{-1} - 10^{-3}$;

в) $10^{-1} - 10^{-2}$;

б) $10^{-3} - 10^{-5}$;

г) $10^{-3} - 10^{-4}$.

3. Координаты градуировочного графика в вольтамперометрии:

а) $h = f(E)$;

в) $I = f(c)$;

б) $I = f(V)$;

г) $h = f(V)$.

4. Закончить формулировку: для изготовления индикаторного электрода, применяемого в амперометрии при реакциях окисления, используется

а) ртуть;

в) амальгама;

б) графит;

г) стекло.

5. На амперометрическое титрование раствора муравьиной кислоты затрачивают 2 см³ 0,2 моль/дм³ раствора гидроксида калия. Масса (мг) муравьиной кислоты в анализируемом растворе равна:

а) 18,4;

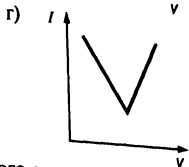
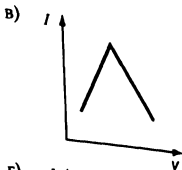
в) 0,18;

б) 9,2;

г) 1,84.

IV-9

1. Кривая амперометрического титрования при электрохимически активном титранте имеет вид:



- 2 Титрант для амперометрического определения ионов Cu^{2+} :
- серная кислота;
 - перманганат калия;
 - 8-гидроксихинолин;
 - щавелевая кислота.
- Фактор, ограничивающий применение платинового электрода в отрицательной области потенциалов:
- площадь поверхности;
 - природа титранта;
 - потенциал восстановления водорода;
 - потенциал выделения кислорода.
4. Закончить формулировку: для изготовления индикаторного электрода при амперометрическом титровании, основанном на реакциях восстановления, применяется...
- амальгама;
 - платина;
 - стекло;
 - графит.
5. В среде безводной уксусной кислоты аминокислота $\text{CH}_2\text{NH}_2\text{COOH}$ проявляет свойства основания и может быть амперометрически оттитрована хлороводородной кислотой. На титрование раствора аминокислоты затрачивают $1,5 \text{ см}^3$ $0,1$ моль/ дм^3 раствора HCl . Масса (г) аминокислоты в растворе равна:
- 1,10;
 - 0,011;
 - 0,11;
 - $1,1 \cdot 10^{-3}$.

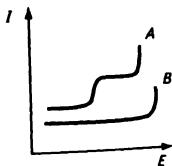
IV-10

- 1 Закончить формулировку: при амперометрическом титровании по спадающей волне потенциал индикаторного электрода ...
- не изменяется;
 - возрастает;
 - уменьшается;
 - снижается, затем возрастает.

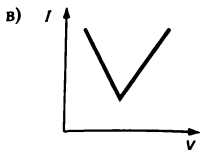
- а) оба реагента электрохимически неактивны, продукт реакции окисляется или восстанавливается;
 б) оба реагента и продукт реакции электрохимически нейтральны;
 в) титрант и продукт реакции электрохимически нейтральны;
 г) определяемое вещество и продукт реакции электрохимически активны.
3. Заменить многоточие в формулировке: при амперометрическом титровании в качестве электрода сравнения применяется электрод:
- а) платиновый;
 б) капиллярный;
 в) водородный;
 г) насыщенный каломельный.
4. Закончить формулировку: на точность амперометрического титрования температура
- а) не влияет;
 б) влияет существенно;
 в) влияет незначительно;
 г) влияет в зависимости от природы титранта.
5. На амперометрическое титрование экстракта, содержащего $3 \cdot 10^{-3}$ г уксусной кислоты, затрачивают 2 см^3 раствора гидроксида калия. Концентрация титранта (моль/дм³) равна:
- а) 0,027;
 б) 0,054;
 в) 0,27;
 г) 0,54.

IV-12

1. Закончить формулировку: при амперометрическом титровании по возрастающей волне потенциал индикаторного электрода ...
- а) не изменяется;
 б) уменьшается;
 в) возрастает;
 г) возрастает, затем снижается.
2. Для определяемого вещества А и титранта В получена вольт-амперная характеристика:



Кривая амперометрического титрования имеет вид:



Зменить многоточие в формулировке: при добавлении соли-
фона нивелируется ток:

а) диффузионный;

в) остаточный;

б) заряжения;

г) миграционный.

Закончить определение: поляризацией называется измене-

а) сопротивления титруемого раствора при изменении объе-
ма титранта;

б) разности потенциалов электродов;

в) потенциала электрода сравнения при титровании;

г) равновесного электродного потенциала при прохождении
через электрод постоянного электрического тока.

5. На амперометрическое титрование экстракта, содержащего
2) г амилозы (молярная масса $3 \cdot 10^{-3}$ г/моль), затрачивают 5 см^3
раствора иода. Концентрация титранта (моль/дм³) равна:

а) 0,04;

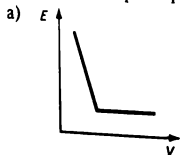
в) 0,01;

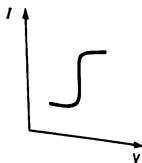
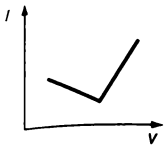
б) 0,02;

г) 0,20.

IV-13

1. Кривая амперометрического титрования имеет вид:





2 Указать предел обнаружения (моль/дм³) амперометрического титрования:

а) $\geq 10^{-2}$;

б) $\leq 10^{-6}$;

в) $> 10^{-6}$;

г) $\geq 10^{-3}$;

3 Заменить многоточие в формулировке: между силой предельного диффузионного тока и концентрацией деполяризатора имеется зависимость:

а) обратная;

б) сложная;

в) экспоненциальная;

г) прямая.

4 Уравнение Ильковича:

а) $E = KV$;

б) $I = K(c - c_0)$;

в) $I = Kc$;

г) $E = Kc$.

5 В среде безводной уксусной кислоты аминокислота CH2NH2COOH проявляет свойства основания и может быть амперометрически оттитрована хлороводородной кислотой. На титрование аминокислоты расходуется 3 см³ 0,1 моль/дм³ хлороводородной кислоты. Масса (г) аминокислоты в анализируемом растворе равна:

а) $1,1 \cdot 10^{-2}$;

б) $1,2 \cdot 10^{-2}$;

в) $2,2 \cdot 10^{-2}$;

г) $2,0 \cdot 10^{-2}$.

IV-14

Автор методики амперометрического титрования:

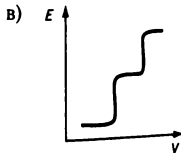
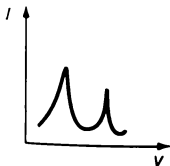
а) Шварценбах;

в) Нернст;

б) Гейровский;

г) Илькович.

2 Кривая амперометрического титрования смеси двух веществ имеет вид:

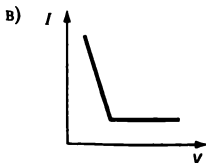


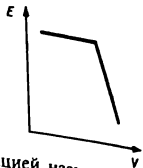
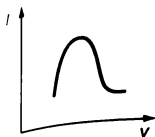


3. Заменить многоточие в формулировке: в присутствии индикаторного электрода в процессе титрования:
- а) кулонометрическое; в) кондуктометрическое;
 б) потенциометрическое; г) амперометрическое.
4. Закончить формулировку: миграционный ток устраняется применением...
- а) ионоселективного электрода;
 б) солевого фона;
 в) инертного растворителя;
 г) электрода, изготовленного из специального материала.
5. На амперометрическое титрование раствора, содержащего 18,4 г муравьиной кислоты, затрачивают 2 см³ раствора титранта. Концентрация титранта (моль/дм³) равна:
- а) 0,2; в) 0,1;
 б) 0,05; г) 2,0.

IV-15

1. Заменить многоточие в формулировке: амперометрическое титрование относится к методу анализа:
- а) потенциометрическому; в) вольтамперометрическому;
 б) кулонометрическому; г) кондуктометрическому.
2. Соотношение между E индикаторного электрода и $E_{1/2}$ определяемого иона имеет вид:
- а) $E = E_{1/2}$; в) $E > E_{1/2}$;
 б) $E = E_{1/2}$; г) $E < E_{1/2}$.
3. Кривая амперометрического титрования с двумя индикаторными электродами имеет вид:





Закончить определение: поляризацией называется изменение

- а) равновесного электродного потенциала при прохождении через электрод постоянного электрического тока;
- б) сопротивления титруемого раствора при изменении объема титранта;
- в) диэлектрической проницаемости анализируемого раствора пропорционально объему титранта;
- г) равновесного электродного потенциала при прохождении через электрод переменного электрического тока.

На амперометрическое титрование раствора муравьиной кислоты расходуют 4 см^3 $0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора титранта. Масса сульфатной кислоты в анализируемом растворе равна:

- а) 14,8;
- б) 9,2;
- в) 1,84;
- г) 18,4.

IV-16

Закончить формулировку: точку стехиометричности устанавливают:

- а) графически по пересечению прямых линий;
- б) по максимуму на кривой титрования;
- в) по минимуму на кривой титрования;
- г) аппроксимацией нисходящей прямой на ось абсцисс.

При амперометрическом титровании измеряют:

- а) напряжение;
- б) электропроводность;
- в) сопротивление;
- г) силу тока.

Зачеменить многоточие в формулировке: в качестве индикатора применяется электрод:

- а) стеклянный;
- б) медный;
- в) серебряный;
- г) вращающийся платиновый.

Закончить формулировку: при титровании раствора сульфата я по реакции $\text{Pb}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{PbSO}_4 \downarrow$ после точки стехиометричности ток

- а) резко увеличивается;
- б) не изменяется;
- в) резко уменьшается;
- г) изменяется по синусоиде.

2. Координаты кривой амперометрического титрования:
- напряжение — сила тока;
 - объем титранта — напряжение;
 - сила тока — объем титранта;
 - сопротивление — объем титранта.
3. Заменить многоточие в формулировке: в качестве индикаторного применяют электрод:
- медный вращающийся;
 - ртутный капающий;
 - серебряный вращающийся;
 - стеклянный неподвижный.
4. Основное преимущество вращающегося электрода по сравнению с капающим:
- более интенсивное перемешивание раствора;
 - исключается применение ртути;
 - простота эксплуатации;
 - легкая заменяемость при неисправностях.
5. При титровании 10 см^3 яблочного сока расходуют $13,4 \text{ см}^3$ $0,1211 \text{ моль/дм}^3$ раствора КОН. Масса (г) яблочной кислоты в 1 дм^3 сока равна:
- 12,78;
 - 13,78;
 - 11,87;
 - 10,87.

IV-19

1. Закончить формулировку: при титровании растворов сульфатов натрия или калия титрантами являются растворы
- спиртов;
 - нитратов бария или свинца;
 - сильных оснований;
 - галогеноводородных кислот.
2. Принцип выбора потенциала индикаторного электрода:
- ток в ячейке при выбранном потенциале не менее 30 мА ;
 - напряжение на электродах не менее 2 В ;
 - потенциал электрода соответствует потенциалу разряда определяемого иона;
 - потенциал индикаторного электрода по отношению к электроду сравнения превышает $2,5 \text{ В}$.
3. Закончить формулировку: при неправильном выборе потенциала индикаторного электрода
- резко возрастает потребление тока из сети питания;
 - сильно нагревается ячейка для титрования;
 - нарушается пропорциональность силы тока содержанию определяемого вещества;
 - нарушения не возникают.
4. Недостаток капающего ртутного электрода при анализе пищевых продуктов:

1. Закончить формулировку: при амперометрическом титровании устанавливают стабильный потенциал индикаторного электрода для
- увеличения числа определяемых веществ;
 - устранения разряда посторонних ионов, не участвующих в титровании;
 - уменьшения расхода электрического тока;
 - устранения нагрева электродов.
2. Закончить формулировку: при потенциале индикаторного электрода, равном потенциалу разряда ионов Ag^+ , сила тока после точки стехиометричности при титровании раствора хлорида натрия раствором нитрата серебра...
- резко уменьшается;
 - не изменяется;
 - резко возрастает;
 - незначительно снижается.
3. Закончить формулировку: капаящие ртутью или твердые вращающиеся электроды применяют для...
- перемешивания анализируемого раствора;
 - ускорения химических реакций;
 - измерения точного значения диффузного тока;
 - применение таких электродов не обязательно.
4. Материалы для изготовления рабочей части индикаторного электрода:
- стекло, пластмасса;
 - платина, золото;
 - медь, бронза;
 - фарфор, ситалл, металлокерамика.
5. При титровании раствора винной кислоты до появления тока расходуют $22,4 \text{ см}^3$ $0,1415 \text{ моль/дм}^3$ раствора КОН. Масса (мг) винной кислоты в пробе равна:
- 327,7;
 - 273,3;
 - 732,3;
 - 237,7.

IV-21

1. Закончить формулировку: при анализе раствора сложного состава после включения прибора...
 - а) отмечают точку стехиометричности;
 - б) строят градуировочный график;
 - в) выбирают потенциал рабочего электрода;
 - г) сразу титруют анализируемый раствор.
2. Закончить формулировку: при потенциале индикаторного электрода, равном потенциалу разряда ионов Ag^+ , сила тока после точки стехиометричности при титровании раствора нитрата серебра раствором хлорида натрия...
 - а) резко уменьшается;
 - б) остается постоянной;
 - в) резко возрастает;
 - г) изменяется по синусоиде.
3. Преимущество капающего электрода:
 - а) интенсивно перемешивается раствор;
 - б) возможно перемешивание раствора мешалкой;
 - в) поверхность электрода непрерывно самоочищается;
 - г) простота изготовления и надежность в эксплуатации.
4. Титрант для определения амилозы в крахмале:
 - а) раствор серной кислоты;
 - б) водный раствор иода;
 - в) этанольный раствор фенола;
 - г) этанольный раствор гидроксида натрия.
5. На титрование 15,624 г молочной сыворотки расходуют $25,1 \text{ см}^3$ $0,01211 \text{ моль/дм}^3$ раствора NaOH . Содержание [% (мас.)] молочной кислоты в сыворотке равно:
 - а) 0,1715;
 - б) 0,5117;
 - в) 0,1517;
 - г) 0,1751.

IV-22

1. Закончить формулировку: титрантами для определения алюминия при pH 4 являются растворы
 - а) кетонов;
 - б) комплексона III;
 - в) слабых кислот;
 - г) хлоридов щелочноземельных металлов.
2. Закончить формулировку: возникновение тока на индикаторном электроде обуславливает реакция...
 - а) осаждения;
 - б) комплексообразования;
 - в) окисления—восстановления;
 - г) кислотно-основного взаимодействия.
3. Назначение фонового электролита:
 - а) увеличение электропроводности анализируемого раствора;
 - б) маскирование мешающих ионов;

- в) снижение электропроводности анализируемого раствора;
 г) ускорение анализа.
4. Основное преимущество амперометрического титрования по сравнению с классическими титриметрическими методами:
- | | |
|---|--------------------------------|
| а) надежность; | в) высокая точность; |
| б) возможность титрования окрашенных растворов; | г) низкие пределы обнаружения. |
5. На титрование 5 см^3 лимонного сока расходуют $10,5 \text{ см}^3$ $0,1216 \text{ моль/дм}^3$ раствора КОН. Масса (г) лимонной кислоты в 2 дм^3 сока равна:
- | | |
|-----------|-----------|
| а) 69,32; | в) 96,23; |
| б) 32,69; | г) 23,69. |

IV-23

1. Закончить формулировку: кривая амперометрического титрования раствором иода имеет форму ...
- | | |
|--------------|----------------------------------|
| а) параболы; | в) синусоиды; |
| б) трапеции; | г) прямой линии с одним изломом. |
2. Закончить формулировку: в отсутствие фонового электролита...
- | | |
|--|--|
| а) прибор выходит из строя; | |
| б) раствор не перемешивается; | |
| в) измеряемый ток не достигает минимальных значений; | |
| г) перегорает индикаторный электрод. | |
3. Закончить формулировку: на индикаторном электроде протекает реакция $\text{I}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{I}^-$; сила тока после точки стехиометричности при титровании восстановителя раствором иода...
- | | |
|-------------------------|---|
| а) резко снижается; | в) резко возрастает; |
| б) остается постоянной; | г) колеблется около определенного значения. |
4. Заменить многоточие в формулировке: по техническому исполнению к амперометрическому титрованию приближается метод:
- | | |
|-----------------------|-------------------------|
| а) кулонометрический; | в) кондуктометрический; |
| б) полярографический; | г) потенциометрический. |
5. На титрование раствора масляной кислоты, полученного из $50,12 \text{ г}$ масла, расходуют $5,5 \text{ см}^3$ $0,011 \text{ моль/дм}^3$ раствора NaOH. Содержание [% (мас.)] масляной кислоты в анализируемом масле равно:
- | | |
|------------|------------|
| а) 0,0106; | в) 0,0601; |
| б) 0,1606; | г) 0,0160. |

1. Закончить формулировку: титрантами при определении аскорбиновой кислоты являются растворы...
 - а) предельных спиртов;
 - б) сильных кислот;
 - в) слабых кислот;
 - г) иода или брома.
2. Закончить формулировку: сила тока после точки стехиометричности при титровании раствором иода...
 - а) увеличивается;
 - б) изменяется по синусоиде;
 - в) снижается;
 - г) не изменяется.
3. Титрант для определения ионов Fe^{2+} :
 - а) спирт;
 - б) комплексон III;
 - в) сильная кислота;
 - г) раствор нитрата натрия.
4. Закончить формулировку: при определении ионов Sn^{2+} на индикаторном электроде протекает электрохимическое восстановление ионов MnO_4^- (титрант — раствор KMnO_4); сила тока после точки стехиометричности ...
 - а) резко уменьшается;
 - б) остается постоянной;
 - в) резко возрастает;
 - г) колеблется около определенного значения.
5. На титрование 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты расходуют $15,8 \text{ см}^3 0,1025 \text{ моль/дм}^3$ раствора КОН. Масса (г) аскорбиновой кислоты в 10 дм^3 раствора равна:
 - а) 142,5;
 - б) 124,2;
 - в) 241,5;
 - г) 125,4.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- Агабальянц Г. Г., Бегунова Р. Д., Джанколадян М. А.* Химико-технологический контроль виноделия/Под ред. Г. Г. Агабальянца. М.: Пищевая промышленность, 1969. 612 с.
- Агасян П. К., Хамракулов Т. К.* Кулонометрический метод анализа. М.: Химия, 1984. 167 с.
- Бабко А. К.* Физико-химические методы анализа. М.: Высшая школа, 1968. 335 с.
- Барковский В. Ф., Городенцева Т. Б., Торопова Н. Б.* Основы физико-химических методов анализа. М.: Высшая школа, 1983. 247 с.
- Барковский В. Ф., Горелик С. М., Городенцева Т. Б.* Основы физико-химических методов анализа/Под ред. В. Ф. Барковского. М.: Высшая школа, 1983. 334 с.
- Бойко Л. М.* Физико-химические методы контроля броидильных производств: Справочник. Киев: Техника, 1986. 191 с.
- Бончев П. Р.* Введение в аналитическую химию. Л.: Химия, 1978. 496 с.
- Бугаенко И. Ф.* Технологический контроль сахарного производства. М.: Пищевая промышленность, 1989. 216 с.
- Булгаков Н. И., Зубенко А. П.* Технохимический контроль производства безалкогольных и слабоалкогольных напитков. М.: Пищевая промышленность, 1956. 320 с.
- Буриштейн А. И.* Методы исследования пищевых продуктов. Киев: Госмедиздат, 1963. 642 с.
- Васильев В. П.* Аналитическая химия. Т. 2 Физико-химические методы анализа. М.: Высшая школа, 1989. 383 с.
- Васильев В. П., Калинина В. Е., Кочергина Л. А.* Сборник вопросов и задач по физико-химическим методам анализа. Иваново: Изд-во Ивановск. хим.-технол. ин-та, 1982. 120 с.
- Васильев В. П., Калинина В. Е., Кочергина Л. А., Куракин А. Н.* Сборник вопросов и задач по аналитической химии. М.: Высшая школа, 1976. 215 с.
- Васильев В. П., Морозова Р. П.* Практическое руководство по физико-химическим методам анализа: Учебное пособие. Иваново: Изд-во Ивановск. хим.-технол. ин-та, 1981. 110 с.
- Великая Е. И., Суходол В. Ф.* Лабораторный практикум по курсу общей технологии броидильных производств. М.: Легкая и пищевая промышленность, 1983. 311 с.
- Вержбицкий Ф. Р.* Высоочастотное титрование. Пермь: Изд-во Пермск. гос. ун-та, 1978. 124 с.
- Воскресенский П. И.* Техника лабораторных работ. М.: Химия, 1969. 20 с.
- Гороховская В. И.* Потенциометрические методы исследования веществ. Казань: Изд-во Казанск. гос. ун-та, 1977. 120 с.
- Гороховская В. И.* Электрохимические методы анализа: потенциометрия и вольтамперометрия. Казань: Изд-во Казанск. гос. ун-та, 1983. 89 с.
- Государственные стандарты: молоко, молочные продукты, молочные консервы. М.: Издательство стандартов, 2001. 154 с.
- Грихес М. С., Филиановский Б. К.* Контактная кондуктометрия: Теория и практика метода/Под ред. И. А. Агуфа. Л.: Химия, 1980. 175 с.

- Гурьев И. А. Потенциометрия с ионоселективными электродами. Горький: Изд-во Горьковск. гос. ун-та, 1978. 126 с.
- Дешнева Г. Ф., Сидорская Э. А. Программированные задания по аналитической химии. М.: Просвещение, 1986. 80 с.
- Добжицкий Я. Химический анализ в сахарном производстве. М.: Пищевая промышленность, 1985. 351 с.
- Доерфель К. Статистика в аналитической химии. М.: Мир, 1994. 267 с.
- Дожева Е. Б. Электрохимические методы анализа. Чебоксары: Изд-во Чувашск. гос. ун-та, 1977. 130 с.
- Дорохова Е. Н., Прохорова Г. В. Задачи и вопросы по аналитической химии. М.: Изд-во МГУ, 1984. 216 с.
- Журавская М. Х., Алехина Л. Т., Отряшенкова Л. Н. Исследование и контроль качества мяса и мясопродуктов. М.: Агропромиздат, 1985. 295 с.
- Журавская Н. К., Гутник Б. Е., Журавская Н. А. Технохимический контроль производства мяса и мясопродуктов. М.: Колос, 1999. 175 с.
- Зверева Л. Ф., Немцова З. С., Волкова Н. П. Технология и технохимический контроль хлебопекарного производства. М.: Легкая и пищевая промышленность, 1983. 416 с.
- Зозуля А. П. Кулонометрический анализ. Л.: Химия, 1968. 160 с.
- Иванов И. Д. Полярография белков, энзимов, аминокислот. М.: Изд-во АН СССР, 1961. 255 с.
- Иванов Ю. Н., Комолова Н. Г. Основы потенциометрического и кулонометрического анализа. Л.: Химия, 1978. 186 с.
- Инструкция по технохимическому и микробиологическому контролю спиртового производства. М.: Пищевая промышленность, 1986. 398 с.
- Инструкция по химико-технологическому контролю и учету сахарного производства. Киев: ВНИИСП, 1983. 476 с.
- Кедринский И. А. Кулонометрический анализ. Красноярск: Изд-во Красноярск. гос. ун-та, 1977. 120 с.
- Клячко Ю. А., Самсонова Н. Г., Дубровский В. А. Физико-химические методы анализа: Руководство к практическим занятиям. М.: Химия, 1980. 240 с.
- Коренман И. М. Методы количественного химического анализа: Справочник. М.: Химия, 1989. 124 с.
- Коренман И. М. Экстракция в анализе органических веществ. М.: Химия, 1977. 200 с.
- Коренман Я. И. Практикум по аналитической химии. Электрохимические методы анализа. Воронеж: Изд-во Воронеж. гос. ун-та, 1992. 192 с.
- Коренман Я. И., Суханов П. Т. Задачник по аналитической химии. Физико-химические методы анализа. Воронеж: Изд-во Воронеж. гос. технол. акад., 2004. 359 с.
- Коренман Я. И., Лисицкая Р. П. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов. Воронеж: Изд-во Воронеж. гос. технол. акад., 2002. 408 с.
- Крешков А. П. Основы аналитической химии. Т. 3. Физико-химические методы анализа. М.: Высшая школа, 1976. 480 с.
- Крусь Г. Н., Шалыгина А. М., Волоткина З. В. Методы исследования молока и молочных продуктов. М.: Колос, 2000. 368 с.
- Лопатин В. А. Теоретические основы электрохимических методов анализа. М.: Химия, 1979. 210 с.
- Лурье И. С. Технология и технологический контроль кондитерского производства: Справочник. М.: Колос, 2003. 328 с.
- Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. М.: Химия, 1979. 480 с.
- Лурье Ю. Ю., Рыбникова А. И. Химический анализ производственных сточных вод. М.: Химия, 1974. 336 с.
- Ляликов Ю. С. Физико-химические методы анализа. М. — Л.: Химия, 1973. 557 с.
- Ляликов Ю. С., Булатов М. И., Бодю В. И., Крачун С. В. Задачник по физико-химическим методам анализа. М.: Химия, 1972. 271 с.
- Майрановский С. Г., Страдынь Я. П., Безуглый В. Д. Полярография в органической химии. Л.: Химия, 1975. 350 с.

- Мальцев П. М. Технология бродильных производств. М.: Пищевая промышленность, 1980. 560 с.
- Марьянов Б. М., Чащина О. В., Захарова Э. В. Математические методы обработки информации в аналитической химии. Томск: Изд-во Томск. гос. ун-та, 1988. 147 с.
- Методы анализа пищевых продуктов/Под ред. Ю. А. Клячко. М.: Наука, 1988. 270 с.
- Методы анализа пищевых, сельскохозяйственных продуктов и медицинских препаратов/Под ред. А. Ф. Наместникова. М.: Пищевая промышленность, 1974. 743 с.
- Методы определения белка в молоке/Под ред. Е. А. Ждановой. М.: Колос, 1965. 111 с.
- Муравицкая Л. В. Технохимический контроль пивоваренного и безалкогольного производства и основы управления качеством продукции. М.: Пищевая промышленность, 1987. 256 с.
- Мусакин А. П., Рачинский Ф. Ю., Суглобова К. Д. Оборудование химических лабораторий. Л.: Химия, 1978. 480 с.
- Налимов В. В. Применение математической статистики при анализе веществ. Справочник. М.: Изд-во «Физмат», 1960. 431 с.
- Основы аналитической химии/Под ред. Ю. А. Золотова. М.: Высшая школа, 1999. 1-я кн. — 352 с.; 2-я кн. — 496 с.
- Основы аналитической химии. Вопросы и задачи/Под ред. Ю. А. Золотова. М.: Высшая школа, 2002. 460 с.
- Основы аналитической химии. Практическое руководство/Под ред. Ю. А. Золотова. М.: Высшая школа, 2001. 464 с.
- Патратий А. П., Аристова В. П. Справочник для работников лабораторий предприятий молочной промышленности. М.: Пищевая промышленность, 1980. 240 с.
- Пилипенко А. Т., Пятницкий И. В. Аналитическая химия. М.: Химия, 1990. 846 с.
- Полыгалина Г. В. Технохимконтроль спиртового и ликероводочного производства. М.: Колос, 1999. 336 с.
- Посыпайко В. М., Козырева Н. А., Логачева Ю. П. Химические методы анализа. М.: Высшая школа, 1989. 447 с.
- Практикум по аналитической химии/Под ред. В. Д. Пономарева, Л. И. Ивановой. М.: Высшая школа, 1983. 271 с.
- Практикум по физико-химическим методам анализа/Под ред. О. М. Петрухина. М.: Химия, 1987. 248 с.
- Практическое руководство по физико-химическим методам анализа/Под ред. И. П. Алимарины, В. М. Иванова. М.: Изд-во МГУ, 1987. 204 с.
- Пучкова Л. И. Лабораторный практикум по технологии хлебопекарного производства. М.: Пищевая промышленность, 1971. 191 с.
- Рабинович В. А., Хавин З. Я. Краткий химический справочник. СПб.: Химия, 1992. 376 с.
- Рачинский Ф. Ю., Рачинская М. Ф. Техника лабораторных работ. Л.: Химия, 1982. 431 с.
- Ривина Б. М., Чупахин М. С. Применение методов Грана для потенциометрического титрования. М.: Химия, 1984. 136 с.
- Ройтер И. М., Демчук А. П., Дробот В. И. Новые методы контроля хлебопекарного производства. Киев: Техніка, 1977. 192 с.
- Руководство по аналитической химии/Под ред. Ю. А. Клячко. М.: Мир, 1975. 462 с.
- Рухляева А. П., Филатова Т. Г., Чередняченко В. С. Справочник для работников лабораторий спиртовых заводов. М.: Пищевая промышленность, 1979. 232 с.
- Рухляева А. П. Технохимический контроль спиртового производства. М.: Пищевая промышленность, 1977. 355 с.
- Сахаров А. А. Электрохимические методы анализа. Ч. I. Вольтамперометрия. Полярография. Л.: Химия, 1982. 210 с.

- Силин П. М., Силина Н. П.* Химический контроль свеклосахарного производства. М.: Пищевая промышленность, 1977. 240 с.
- Снегирева И. А.* Современные методы исследования качества пищевых продуктов. М.: Экономика, 1976. 222 с.
- Сонгина О. А., Захаров В. А.* Амперометрическое титрование. М.: Химия, 1979. 303 с.
- Султанова К. Г.* Потенциометрический анализ/Под ред. О. А. Татаева. Махачкала: Изд-во Дагестан. гос. ун-та, 1982. 140 с.
- Трегубов Н. Н., Трегубова М. М.* Технохимический контроль крахмалопаточно го производства. М.: Пищевая промышленность, 1974. 216 с.
- Ушакова Н. Н., Николаева Е. Р., Моросанова С. А.* Пособие по аналитической химии/Под ред. И. П. Алимарина. М.: Изд-во МГУ, 1978. 223 с.
- Фертман Г. И., Шойхет М. И.* Технохимический контроль спиртового и ликероводочного производства. М.: Пищевая промышленность, 1975. 440 с.
- Физико-химические методы анализа: Практическое руководство/Под ред. В. Б. Алесковского и К. Б. Яцимирского.* Л.: Химия, 1971. 424 с.
- Химико-технологический контроль производства солода и пива/Под ред. П. М. Мальцева.* М.: Пищевая промышленность, 1976. 447 с.
- Химический состав пищевых продуктов. В 2-х кн. Кн. 1: Справочные таблицы содержания основных пищевых веществ и энергетической ценности пищевых продуктов/Под ред. В. Н. Волгарева и Н. М. Скурихина.* М.: Агропромиздат, 1987. 224 с.
- Химический состав пищевых продуктов. В 2-х кн. Кн. 2: Справочные таблицы содержания аминокислот, жирных кислот, витаминов, макро- и микроэлементов, органических кислот и углеводов/Под ред. М. Н. Волгарева и Н. М. Скурихина.* М.: Агропромиздат, 1987. 360 с.
- Хрусталева Л. А., Смолко В. А., Хрусталева А. Б.* Метрологические характеристики методов анализа. Челябинск: Изд-во Челябинск. техн. ун-та, 1996. 47 с.
- Худякова Т. А., Крешков А. П.* Теория и практика кондуктометрического и хронкондуктометрического анализа. М.: Химия, 1976. 304 с.
- Худякова Т. А., Крешков А. П.* Кондуктометрический метод анализа. М.: Высшая школа, 1975. 207 с.
- Центовский В. М., Евгеньев М. И., Аверко-Антонович А. А.* Кондуктометрический и кулонометрический методы анализа. Казань: Изд-во Казанск. хим.-технол. ин-та, 1982. 180 с.
- Чарыков А. К.* Математическая обработка результатов химического анализа. Методы обнаружения и оценки ошибок. Л.: Химия, 1984. 168 с.
- Чижова К. Н., Шкваркина Т. И., Волкова Н. И., Чинчук А. М.* Справочник для работников лабораторий хлебопекарных предприятий. М.: Пищевая промышленность, 1978. 191 с.
- Чикрызова Е. Г., Хоменко В. А.* Потенциометрическое титрование с поляризованными электродами. Кишинев: Изд-во Молд. гос. ун-та, 1976. 180 с.

Учебное издание

Коренман Яков Израильевич

**ПРАКТИКУМ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ.
АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ**

Книга 3. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Учебное пособие для вузов

Художественный редактор **В. А. Чуракова**
Компьютерная верстка **Н. А. Зубковой**
Корректор **С. И. Нечаева**

Сдано в набор 22.02.05. Подписано в печать 04.07.05. Формат 60×88 1/16.
Бумага офсетная. Гарнитура Ньютон. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 14,21. Уч.-изд. л. 13,53. Изд. № 067.
Тираж 2000 экз. Заказ 1279

ООО «Издательство «КолосС», 101000, Москва, ул. Мясницкая, д. 17.
Почтовый адрес: 129090, Москва, Астраханский пер., д. 8. Тел. (095) 680-99-86,
тел./факс (095) 680-14-63, e-mail: koloss@koloss.ru, наш сайт: www.koloss.ru

Отпечатано с готовых диапозитивов в ГУП РМЭ
«Марийский полиграфическо-издательский комбинат»
424000, г. Йошкар-Ола, ул. Комсомольская, 112

ISBN 5-9532-0297-0



9 785953 202978