

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Пермский государственный аграрно-технологический университет  
имени академика Д.Н. Прянишникова»

М.Г. Субботина

**ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ  
ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА  
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПРОДУКЦИИ**

*Лабораторный практикум*

Пермь  
ИТЦ «Прокрость»  
2024

УДК 658:562:631:66.012.1  
ББК 65.32-82  
С 890

*Рецензенты:*

*Е.С. Лобанова*, канд. биол. наук, доцент кафедры агрохимии и почвоведения (ФГБОУ ВО Пермский ГАТУ);

*В.П. Мурыгин*, канд. с.-х. наук, ведущий научный сотрудник лаборатории освоения агрозоотехнологий (ФГБОУ ВО Пермский ГАТУ).

**С 890 Субботина, М.Г.**

Инструментальные методы оценки качества сельскохозяйственной продукции: лабораторный практикум / М.Г. Субботина, Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Пермский государственный аграрно-технологический университет имени академика Д.Н. Прянишникова». – Пермь: ИПЦ «Прокрость», 2024. – 44 с. ; 21 см. – Библиогр.: с. 41. – 30 экз. – ISBN 978-5-94279-627-3. – Текст : непосредственный.

В лабораторном практикуме представлены методики для проведения лабораторных работ по дисциплине «Инструментальные методы оценки качества сельскохозяйственной продукции», подготовки конспектов во время самостоятельной работы студентов.

Предназначено для обучающихся высших учебных заведений направления подготовки 35.03.03 Агрохимия и агропочвоведение.

**УДК 658:562:631:66.012.1**  
**ББК 65.32-82**

Утверждено в качестве лабораторного практикума методической комиссией Института фундаментальных и прикладных агроэкобиотехнологий и лесного хозяйства (протокол №19 от 14.05.2024).

**Учебное издание**

**Субботина Мария Георгиевна**

**ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА  
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПРОДУКЦИИ**

*Лабораторный практикум*

Подписано в печать 20.06.24.  
Усл. печ. л. 2,75. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>16</sub>.  
Тираж 30 экз. Заказ № 36

*ИПЦ «Прокрость»*

Пермского государственного аграрно-технологического университета  
имени академика Д.Н. Прянишникова,  
614990, Россия, Пермский край, г. Пермь, ул. Петропавловская, 23  
тел. +7(342) 217-95-42

**ISBN 978-5-94279-627-3**

© ИПЦ «Прокрость», 2024  
© Субботина М.Г., 2024

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
Правила безопасности при работе в лаборатории .....	5
Лабораторная работа №1	
Определение общего азота и сырого протеина в кормах по методу Кьельдаля с использованием автоматических установок.....	8
Лабораторная работа №2	
Определение кислотности плодов и овощей методом потенциометрического титрования.....	12
Лабораторная работа №3	
Прямая кондуктометрия. Определение общей засоленности грунтов	14
Лабораторная работа №4	
Кондуктометрическое титрование. Определение лимонной кислоты в продуктах переработки плодов и ягод .....	16
Лабораторная работа № 5	
Инверсионная вольтамперометрия. Определение токсичных элементов в сахаре .....	18
Лабораторная работа № 6	
Определение цветности воды спектрофотометрическим методом .....	22
Лабораторная работа № 7	
Определение качества зерна, пшеничной муки и картофеля методом БИК-спектрометрии.....	25
Лабораторная работа № 8	
Определение хлорида натрия в творожных изделиях и сырах методом фототурбидиметрии .....	28
Лабораторная работа № 9	
Поляриметрическое определение сахарозы в сахаре .....	32
Лабораторная работа № 10	
Определение содержания растворимых сухих веществ и сахаров в плодоовощной продукции методом рефрактометрии.....	37
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	40
Библиографический список .....	41
<i>Приложение 1</i>	
Коэффициенты температурной поправки кондуктометрических измерений.....	42
<i>Приложение 2</i>	
Значения поправок к величине поляризации $P_{20}$ , учитывающих отклонение объёма раствора в колбе вместимостью от 100 мл .....	43
<i>Приложение 3</i>	
Температурные поправки при рефрактометрических измерениях.. .....	44

## **ВВЕДЕНИЕ**

Инструментальные методы определения качества продукции являются основой для проведения испытаний как готовой продукции, так и сырьевых компонентов на показатели качества и безопасности во всех современных лабораториях, а также при контроле готовности культур к уборке в производственных условиях хозяйств.

Использование лабораторного практикума на лабораторных работах, во время прохождения учебных и производственных практик позволит применять методики измерений для выполнения анализов объектов сельскохозяйственного производства.

Основной задачей лабораторного практикума является его использование для самостоятельной подготовки обучающихся при составлении конспекта, а также обращение к практикуму во время лабораторных работ в учебных лабораториях.

Лабораторный практикум соответствует требованиям рабочей программы дисциплины по направлению подготовки 35.03.03 Агрохимия и агропочвоведение.

## **Правила безопасности при работе в лаборатории**

1. Работать одному в лаборатории строго запрещается.
2. Не входить в лабораторию в верхней одежде, запрещается работать в лаборатории без халата с неубранными волосами.
3. На лабораторном столе нельзя держать посторонние вещи (портфель, сумку, головной убор, одежду, книги и т. д.).
4. В лаборатории категорически запрещается пить воду, принимать пищу, курить.
5. Работая в лаборатории, следует соблюдать тишину, чистоту и порядок на рабочем месте.
6. Приступая к анализу, следует предварительно ознакомиться со свойствами веществ, необходимых для работы.
7. Необходимо внимательно прочитать надпись на этикетке посуды, в которой содержится вещество, необходимое для работы. Пользоваться реактивами без этикеток (или с нечетко написанными этикетками) запрещается.
8. Нельзя брать химические вещества незащищенными руками. Сыпучие реактивы следует отбирать сухим шпателем или специальной ложкой.
9. Категорически запрещается всасывать ртом в пипетку растворы кислот, едких щелочей и аммиака.
10. Измельчение твёрдых гидроксидов калия, натрия, кальция, а также сульфида натрия разрешается проводить только в вытяжном шкафу. При этом необходимо надеть защитные очки и резиновые перчатки, а волосы накрыть косынкой (шапочкой).
11. С ядовитыми, раздражающими органы дыхания и сильно пахнущими веществами необходимо работать только в вытяжном шкафу. При этом следует надеть защитные очки и резиновые перчатки.

12. Не пробуйте химические вещества на вкус. При исследовании запаха жидкости нужно осторожно направлять к себе её пары лёгким движением ладони.

13. Концентрированные кислоты, щелочи, ядовитые и сильно пахнущие вещества следует хранить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу. Концентрированные соляную и азотную кислоты разрешается переливать (добавлять) только в вытяжном шкафу. Там же производится нейтрализация кислот аммиаком.

14. При разбавлении кислоты (особенно серной) необходимо осторожно, небольшими порциями, при постоянном перемешивании прибавлять ее к воде (а не наоборот). При этом глаза должны быть защищены очками.

15. Растворение проб в кислотах или щелочах следует проводить только в вытяжном шкафу.

16. Выпаривание растворов при определении кремниевой кислоты и удаление солей аммония разрешается только в вытяжном шкафу.

17. Работу с органическими растворителями (эфир, спирт, ацетон, бензол и др.) следует проводить вдали от источника открытого огня (горелки, электрические плитки, муфельные печи).

18. Нагревая фильтраты на электрической плитке или водяной бане, необходимо их тщательно перемешивать во избежание выброса кипящей жидкости в лицо.

19. Нельзя держать при нагревании пробирку или колбу отверстием к себе или в сторону стоящего рядом человека.

20. Будьте осторожны при работе с центрифугой. Устанавливаемые пробирки должны быть попарно уравновешены. Не прикасайтесь руками к вращающемуся ротору центрифуги.

ги. Нельзя включать центрифугу со снятой предохранительной крышкой.

21. Не выбрасывайте в раковину бумагу, фильтры, вату, остатки продукции, почву, стекло от разбитой химической посуды.

22. Бережно и аккуратно обращайтесь с лабораторной посудой, приборами и предметами оборудования. Старайтесь разумно экономить реактивы, воду, газ и электроэнергию.

23. Перед уходом из лаборатории обязательно вымойте руки с мылом и вытрите их чистым полотенцем (или высушите под электрополотенцем).

24. Уходя из лаборатории, проверьте, выключены ли вода и электроэнергия на вашем рабочем месте.

## Лабораторная работа №1

### Определение общего азота и сырого протеина в кормах по методу Кьельдаля с использованием автоматических установок

Сущность метода заключается в разложении органического вещества пробы кипящей концентрированной серной кислотой с образованием солей аммония, переведении аммония в аммиак, отгонке его в раствор кислоты, количественном учёте аммиака титриметрическим методом и расчёте содержания азота в исследуемом материале [1].

Метод является классическим и хорошо воспроизводимым для определения общего азота не только в кормах, пищевой продукции, но и в почвах, удобрениях и других объектах, связанных с производственными процессами. Современное лабораторное оборудование позволяет значительно сокращать временные, материальные и трудовые затраты при выполнении методики. В частности, предлагается использование автоматических установок для ускоренного разложения проб в кислоте, дистилляционной отгонки аммиака и последующей процедуры титрования.

**Цель лабораторной работы** - изучить назначение и порядок работы с лабораторным оборудованием для автоматизации процессов при определении общего азота и сырого протеина методом Кьельдаля.

**Задание:** Провести лабораторный анализ 1 пробы корма. Провести оценку приемлемости результатов измерений по ГОСТ 13496.4-2019 и написать вывод по полученным данным. Письменно ответить на вопросы: Какое оборудование используется при выполнении испытаний? К какому типу оно относится?

**Материалы и посуда:** сухие размолотые пробы кормов, пробирка, колба для разложения проб по Къельдалю, мерная колба на 100 мл, стеклянная воронка диаметром 5 см, колба для титрования на 250-300 мл, отгонная колба, бюретка, мерная пипетка на 10 мл.

**Ход выполнения работы:**

*1. Минерализация пробы*

В длинной сухой пробирке, свободно входящей в горло колбы Къельдаля, взвешивают 0,5-0,7 г кормов растительного происхождения, комбикормов, 0,3-0,5 г муки животного происхождения или 0,4-0,5 г дрожжей с погрешностью не более 0,001 г. Вставив пробирку в колбу Къельдаля до её дна, высыпают навеску и вновь взвешивают пробирку. По разности между первым и вторым взвешиваниями определяют массу навески, взятую для анализа. Добавляют в колбу Къельдаля смешанного катализатора. После прибавления катализатора осторожно приливают 10 мл концентрированной серной кислоты.

Колбу устанавливают в автоматическую установку для минерализации и включают программу постепенного нагрева для исключения интенсивного пенообразования и выплёскивания пробы. После того как жидкость обесцветится (допускается слегка зеленоватый оттенок), нагрев продолжают в течение 30 мин. После охлаждения минерализат количественно переносят в мерную колбу на 100 мл, три раза ополаскивают колбу Къельдаля 10-20 мл дистиллированной воды и доводя до метки.

*2. Отгонка аммиака в борную кислоту*

В приёмную колбу наливают 20 мл 4 % раствора борной кислоты и 5 капель любого из смешанных индикаторов. Колбу подставляют под холодильник так, чтобы его кончик был

погружен в раствор борной кислоты на глубину не менее чем 1 см. Через холодильник пропускают холодную воду.

В отгонную колбу взять мерной пипеткой 10 мл полученного минерализата. Установить колбу в установку для автоматической дистилляции. В колбу, присоединённую к аппарату, прибавляют 40%-ный раствор гидроокиси натрия. Объём приливаемой гидроокиси натрия зависит от объёма серной кислоты, использованной для приготовления минерализата. На каждый кубический сантиметр серной кислоты, оставшейся после окончания процесса минерализации, следует добавлять не менее  $3,5 \text{ см}^3$  раствора гидроокиси натрия.

В начале отгонки аммиака цвет раствора в приёмной колбе меняется на зелёный. При нормальном кипении объём раствора в приёмной колбе через 20-30 мин обычно составляет  $150-200 \text{ см}^3$ . При проведении экспресс-анализа время отгонки сокращается до 7-10 мин. Конец отгонки можно установить с помощью красной лакмусовой бумажки. Для этого приёмную колбу отставляют от аппарата, предварительно обмыв конец холодильника дистиллированной водой, и подставляют лакмусовую бумажку под стекающие капли дистиллята. Если лакмус не синееет, отгон аммиака закончен. Если лакмус синееет, приёмную колбу снова подставляют под холодильник и продолжают отгонку. После окончания отгонки приёмную колбу опускают, и конец холодильника обмывают дистиллированной водой в приёмную колбу.

### *3. Титрование*

Оттитровывают аммиак из автоматической бюретки раствором серной кислоты с концентрацией 0,05 моль/л до перехода окраски индикатора от зелёной в фиолетовую. Записывают количество кислоты, пошедшее на титрование.

#### 4. Обработка результатов

Массовую долю азота (X) в испытуемой пробе в процентах вычисляют по формуле:

$$(V_x - V_0) \cdot K \cdot 0,0014 \cdot 100 \cdot 10/m,$$

$V_x$  – объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование испытуемого раствора, мл;

$V_0$  – объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование в контрольном опыте, мл;

$K$  – поправка к титру раствора серной кислоты, если он приготовлен не из стандарт-титра;

0,0014 – масса азота, эквивалентная массе серной кислоты, содержащейся в 1 мл раствора с  $(H_2SO_4) = 0,05$  моль/л;

$m$  – масса навески, г;

10 – разбавление минерализата;

100 – коэффициент пересчёта в проценты.

#### Контрольные вопросы

1. Как классифицируется оборудование по типу назначения?

2. В чем заключается принцип действия дистилляционной установки?

3. Какие операции метода Кьельдаля заменены автоматизированными установками и оборудованием? Чего позволяет достичь автоматизация при проведении лабораторных испытаний?

4. Что нужно учитывать при составлении программы дистилляционной установки и установки для кислотного разложения проб?

## Лабораторная работа №2

### Определение кислотности плодов и овощей методом потенциометрического титрования

Определение кислотности плодоовощной продукции основано на кислотно-основном титровании, которое можно проводить в присутствии цветового индикатора, но в случае окрашенных продуктов такое титрование невозможно. Потенциометрическое титрование позволяет вести анализ при любой окраске и консистенции продукта, а также в вытяжке вместе с осадками.

**Цель лабораторной работы** - познакомиться с методом определения кислотности плодоовощной продукции с помощью косвенной потенциометрии.

**Задание:** изучите методику определения титруемой кислотности растительной продукции по ГОСТу ISO 750-2013 п. 7.1 Продукты переработки фруктов и овощей. Определение титруемой кислотности. Какой инструментальный метод используется при выполнении анализа?

Составьте краткий конспект выполнения анализа по следующему плану:

- объекты исследований, на которые распространяется стандарт,
- сущность метода,
- оборудование (СИ, ВО, ИО),
- ход работы
- обработка результатов анализа, в т.ч. пересчёт на содержание кислоты, соответствующей продукту, и допустимое расхождение между данными параллельных определений.

2. Познакомьтесь с порядком работы с электродами и рН-метром в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Проверьте правильность работы рН-метра, используя готовые буферные растворы, и проведите калибровку прибора самостоятельно.

3. Проведите анализ с одним из предложенных продуктов.

4. При проведении титрования для кислых плодов и овощей с исходным рН ~3-4 титрование ведут быстро до рН 6,5, добавляя по 0,5-1 мл титранта, у лимона – по 5-10 мл. Далее титрование ведут, уменьшая порции титранта до 0,1 мл достигая значений рН до 9,5 ед. Для плодов и овощей с исходным рН ~5-7 титрование сразу ведут, медленно добавляя по 0,1 мл титранта. Для построения кривых титрования необходимо получить не менее 6 точек.

5. Постройте кривые потенциометрического титрования (интегральную и дифференциальную) на миллиметровой бумаге, определите точку эквивалентности.

#### Форма таблицы для записи результатов измерений

рН	$V_{\text{NaOH}}$ , мл	$\Delta\text{pH}$	$\Delta V_{\text{NaOH}}$ , мл	$\Delta\text{pH}/\Delta V_{\text{NaOH}}$
...	0	-	-	-
...	...	...	...	...
...	...	...	...	...
...	...	...	...	...

6. Произведите необходимые расчёты и напишите вывод.

**Материалы и посуда:** устройство для измельчения продукции, фарфоровая чашка на 50 мл, химический стакан на 250 мл, мерная колба на 250 мл, стеклянная воронка на 8 см, мерная пипетка на 50 мл, химический стакан на 100 мл, магнит для мешалки, бюретка.

## Лабораторная работа №3

### Прямая кондуктометрия. Определение общей засоленности грунтов

Метод распространяется на грунты для выращивания рассады и комнатных цветов, грунты тепличные, используется для контроля за солевым режимом грунтов, а также водных питательных растворов в технологиях гидропоники.

Сущность метода заключается в измерении удельной электрической проводимости водной вытяжки из грунтов с помощью кондуктометра [2].

**Цель лабораторной работы** - изучить прикладное значение и принцип метода прямой кондуктометрии.

**Задание:** проведите подготовку одной пробы грунта и измерения, а также необходимые расчёты и сделайте вывод по результатам работы.

**Материалы и посуда:** сухие и растёртые пробы грунта, технологическая банка на 100 мл, стеклянная палочка, промывалка с дистиллированной водой, мерный цилиндр.

#### **Ход выполнения работы:**

##### *1. Приготовление водной суспензии из грунтов*

Навеску грунта помещают в технологическую банку на 100 мл и приливают по 50 мл дистиллированной воды и перемешивают в течение 15 мин с помощью электромеханической мешалки. Масса пробы для анализа грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % – 10 г, для анализа грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 % – 5 г.

После перемешивания проба готова к измерению.

*2. Выполнение измерений на кондуктометре:* познакомьтесь с порядком работы кондуктометра, определите константу кондуктометрической ячейки.

Датчик кондуктометра погружают в раствор хлорида калия с концентрацией 0,01 М и измеряют электрическую проводимость.

Константу датчика ( $C$ ), см<sup>-1</sup> вычисляют по формуле:

$$C = 1,41/(a \cdot K),$$

где 1,41 – удельная электрическая проводимость 0,01 М раствора хлорида калия при 25 °С, мСм/см;

$a$  – измеренная электропроводность раствора хлорида калия с концентрацией 0,01 М, мСм/см;

$K$  – коэффициент температурной поправки.

В суспензию погружают датчик кондуктометра и измеряют электропроводность и температуру. После каждого измерения датчик тщательно промывают водой и промокают фильтровальной бумагой.

Удельную электропроводность анализируемой вытяжки ( $X$ ) в миллисименсах на сантиметр (мСм/см) вычисляют по формуле:

$$X = v \cdot C \cdot K,$$

где  $v$  – измеренная электропроводность водной суспензии грунта, мСм.

## Лабораторная работа №4

### Кондуктометрическое титрование. Определение лимонной кислоты в продуктах переработки плодов и ягод

Методика основана на экстрагировании из плодово-ягодной продукции (соки, пюре, пасты, концентраты и т.п.) органических кислот и последующем титровании водного экстракта раствором гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/л.

**Цель лабораторной работы** - освоить метод кондуктометрического титрования.

**Задание:** проведите подготовку одной пробы продукта, кондуктометрическое титрование, составьте список лабораторного оборудования используемого в методике с указанием типа, а также необходимые расчёты и сделайте вывод по результатам работы.

**Материалы и посуда:** плодово-ягодная продукция, содержащая лимонную кислоту, фарфоровая чашка на 50 мл, мерная колба на 250 мл, мерная пипетка на 100 мл, химический стакан на 200 мл, бюретка.

#### **Ход выполнения работы:**

1. В фарфоровой чашке взвесить 10-25 г гомогенизированного продукта или измельчённого сырья.

2. Пробу количественно перенести в мерную колбу на 250 мл с помощью воды, довести общий объем до плечиков.

3. Колбу поместить в водяную баню и выдержать 30 мин при температуре  $(80 \pm 3)^\circ\text{C}$ . Затем охладить до комнатной температуры и довести раствор до метки.

4. Содержимое колбы тщательно перемешать, при необходимости профильтровать через вату или ткань. Пипеткой отобрать 100 мл в химический стакан на 200 мл.

5. Подготовить бюретку с раствором титранта. стакан установить на магнитную мешалку, поместить электролитическую ячейку и при непрерывном перемешивании титровать 0,1 М раствором гидроксида натрия. После введения каждой порции титранта по 0,2 мл необходимо регистрировать показания прибора.

6. Построить кривую кондуктометрического титрования в координатах  $E_c$ , мСм/см –  $V_{NaOH}$ , мл. По излому на графике найти конечную точку титрования (точку эквивалентности) и соответствующий объем титранта.

7. Содержание лимонной кислоты в продукте вычислить по формуле:

$$X = V \cdot V_1 \cdot 0,07 \cdot 100 / V_2 \cdot m,$$

где  $V$  – общий объем вытяжки, мл;

$V_1$  – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование в точке эквивалентности, мл;

$V_2$  – объем вытяжки, взятый для титрования, мл;

$m$  – масса навески пробы, взятой для анализа, г.

Форма таблицы для записи результатов измерений

Удельная электропроводность ( $E_c$ ), мСм/см	Объем добавляемого титранта, мл
...	0
...	0,2
...	0,4
...	...

### Контрольные вопросы

1. На чем основаны электрохимические методы анализа? Классификация.

2. На чем основаны кондуктометрические методы анализа?

3. Принцип деления на прямую и косвенную кондуктометрию, примеры применения.

4. Преимущества кондуктометрических методов анализа

## Лабораторная работа № 5

### **Инверсионная вольтамперометрия. Определение токсичных элементов в сахаре**

Метод распространяется на пищевые продукты и продовольственное сырье, включая продукты детского питания, для определения в них массовой концентрации свинца, кадмия, цинка, меди и др. токсичных элементов.

Метод инверсионной вольтамперометрии основан на способности элемента электрохимически осаждаться на индикаторном электроде из анализируемого раствора при заданном потенциале предельного диффузионного тока, а затем растворяться в процессе анодной поляризации при определённом потенциале, характерном для данного элемента. Регистрируемый на вольтамперограмме аналитический сигнал элемента пропорционален его концентрации. Массовую концентрацию элемента в испытуемых растворах пробы определяют по методу добавок в них стандартного раствора с известным содержанием определяемого элемента [6].

**Цель лабораторной работы** - изучить метод инверсионной вольтамперометрии и процедуру измерений токсичных элементов в сахаре.

**Задание:** провести пробоподготовку, подготовить электроды, стаканчики, составить список лабораторного оборудования используемого в методике с указанием типа, провести измерения на вольтамперметре и сделать вывод о проведённой работе.

**Материалы и посуда:** пробы сахара, кварцевые стаканчики на 20 мл с меткой на 10 мл, стеклянная палочка, промывалка с бидистиллированной водой.

#### **Ход выполнения работы:**

1. *Подготовка проб к измерению:*

В кварцевый стаканчик откалиброванный меткой 10 мл и предварительно проверенный на чистоту по п. 2.4 взять навеску анализируемого сахара 1,0 г. Добавить 5-10 мл бидистиллированной воды и растворять при слабом нагревании (100-105) °С в течение 10 минут, не допуская разбрызгивание пробы. После растворения стаканчик с пробой охладить до комнатной температуры и довести общий объем до 10 мл, перемешать стеклянной палочкой. Для анализа использовать аликвоту полученного раствора. Анализ пробы проводить не позднее 20 минут после растворения.

## *2. Выполнение измерений*

2.1. Включить прибор и настроить программу, под управлением которой работает вольтамперметрический анализатор, на измерение концентрации определяемых элементов. Для этого выбрать и загрузить необходимые параметры измерений, соответствующие прописи методики. В меню программы выполнить команду: «Параметры измерений/Загрузить» и выбрать из каталога нужную методику: «Определение ТМ в продуктах».

2.2. Подготовить электроды в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В работе используются хлоридсеребряные электроды (ХСЭ), выполняющие функции вспомогательных электродов и электродов сравнения, они промаркированы и устанавливаются в соответствующее гнездо прибора, путать их нельзя. В качестве рабочего электрода в данной методике используется амальгамный электрод (АмЭ).

2.3. Провести отмывку стаканчиков и электродов: стаканчики с 10 мл бидистиллированной воды установить в анализатор, опустить крышку и выполнить команду «Отмывка» в меню программы. По окончании отмывки вылить содержимое стаканчиков. Отмывку провести 3 раза, меняя бидистиллированную воду в стаканчиках.

2.4. Проверка стаканчиков, фонового раствора и электродов на чистоту: выполнить команду «Фон/Начать измерение», в стаканчики внести 10 мл бидистиллированной воды и 0,2 мл концентрированной муравьиной кислоты. Установить время этапа: «Подготовка» – 200 секунд, время этапа накопление – 30 секунд. Установить стаканчики в анализатор, закрыть крышку и выполнить команду «ОК». После регистрации 2-3 воспроизводимых вольтамперограмм остановить работу на этапе «Очистка» или «Растворение». Усреднить полученные вольтамперограммы. В случае регистрации «чистых» вольтамперограмм содержимое стаканчика можно не выливать и продолжать измерение с текущим фоновым раствором.

2.5. Определение кадмия и свинца: в стаканчик с фоновым раствором внести 1,0 мл подготовленной пробы, добавить 0,1 мл 3 %-ого раствора перекиси водорода и 0,5 мл концентрированной муравьиной кислоты. Выполнить команду «Проба/Начать измерение», выбрать необходимые параметры измерения, время этапа подготовка 600 секунд, время этапа «Накопление» 60 секунд. После регистрации 2-3 воспроизводимых вольтамперограмм остановить работу на этапе «Очистка» или «Растворение». Усреднить полученные вольтамперограммы.

Выполнить команду «Добавка/Начать измерение», в верхней части появившейся таблицы будут указаны рекомендуемые параметры добавляемых смесей стандартных растворов. Установить галочку «Расчёт по средним», время этапа «Подготовка» 30 секунд. Поднять крышку анализатора и внести необходимые добавки стандартных растворов, закрыть крышку и выполнить команду «ОК». По регистрации первой вольтамперограмме провести оценку достаточности добав-

ленного раствора, в случае необходимости остановить измерение и повторить добавку и внести изменения в таблицу «Параметры добавок». После регистрации 2-3 воспроизводимых вольтамперограмм остановить работу на этапе «Очистка» или «Растворение». Усреднить полученные вольтамперограммы. Выполнить команду «Расчёт», записать результаты измерений.

### **Контрольные вопросы**

1. Что такое вольтамперограмма?
2. Из чего состоит электрохимическая ячейка при проведении измерений методом инверсионной вольтамперометрии?
3. В чем заключается принцип метода проведённой работы?
4. Как рассчитывается концентрация элемента при использовании «метода стандартных добавок»?

## Лабораторная работа № 6

### Определение цветности воды спектрофотометрическим методом

Цветностью называется условно принятая количественная характеристика для описания цвета природной и питьевой воды, имеющей незначительную естественную окраску. Цветность является косвенным показателем количества содержащихся в воде растворённых органических веществ. Измерение цветности природных вод необходимо для правильного выбора технологии водоподготовки.

Цветность питьевой воды обычно обусловлена присутствием окрашенного органического вещества (главным образом гуминовых и фульвокислот, связанных с гумусом почвы). На цветность воды сильно влияет присутствие железа и других металлов в виде естественных примесей или в качестве продуктов коррозии. Она бывает также обусловлена загрязнением водоисточника промышленными стоками и может служить первым признаком возникновения опасной ситуации. Для показателя цветности питьевой воды ВОЗ не устанавливает никакого конкретного значения, которое влияет на здоровье человека.

Сущность метода заключается в спектрофотометрическом измерении проб отфильтрованной воды и растворов специально приготовленной шкалы цветности и определении градусов цветности по калибровочному графику.

**Цель лабораторной работы** - изучить порядок подбора условий спектрофотометрических измерений, освоить метод спектрофотометрии для измерения цветности воды.

**Задание:** подготовить шкалу цветности, по одному из растворов шкалы провести подбор оптимальной длины волны на спектрофотометре, построить спектр поглощения.

Провести измерение абсорбции исследуемого образца воды. Цветность пробы определить по градуировочному графику и выразить в градусах цветности. Сделать вывод по результатам измерений.

**Материалы и посуда:** 2 химических стакана на 100 мл, мерные колбы на 100 мл, набор кювет для проведения измерений на спектрофотометре, складчатый фильтр синяя лента.

**Ход выполнения работы:**

1. *Приготовление шкалы цветности:* в пронумерованные мерные колбы на 100 мл, добавляют раствор №1 (стандартный раствор хромкобальтовой шкалы цветности) и доводят до метки раствором №2 (разбавленный раствор серной кислоты) в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 - Шкала цветности

Раствор №1, мл	0	1	2	3	4	5	6	8	10
Раствор №2, мл	100	99	98	97	96	95	94	92	90
Градусы цветности	0	5	10	15	20	25	30	40	50
Абсорбция, ед. Абс.	...	...	...	...	...	...	...	...	...

2. *Подготовка проб к измерению:*

В химический стакан отбирают 100 мл исследуемой воды и фильтруют через плотный беззольный фильтр.

Визуально сравнивают фильтрованную воду со шкалой цветности: производится просмотр сверху на белом фоне. Если градус цветности выше 50°, то пробу разбавляют дистиллированной водой до получения окраски, сравнимой с окраской шкалы цветности. Полученный результат умножают на число, соответствующее разбавлению.

3. *Выполнение измерений:*

Подготовить спектрофотометр к измерениям в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Перед проведением измерений необходимо подобрать оптимальную длину волны для измерений в синей части спектра и толщину кюветы по стандартным растворам шкалы, построить спектр поглощения для одного из растворов шкалы цветности.

Градуировочный график строится по шкале цветности (табл.1). Полученные значения абсорбции и соответствующие им градусы цветности наносят на график.

### **Контрольные вопросы**

1. В чем заключается принцип измерений на спектрофотометре?
2. Как связаны величины светопропускание и абсорбция? Как они обозначаются?
3. Какой закон лежит в основе спектрофотометрического метода?
4. Какие требования предъявляются к измеряемым растворам?

## Лабораторная работа № 7

### Определение качества зерна, пшеничной муки и картофеля методом БИК-спектрометрии

Метод используется для определения биохимического состава и показателей качества кормов, комбикормов, комбикормового сырья, муки и крупы зерновых культур, картофеля, мясной и др. видов пищевой продукции в соответствии с имеющимися базами данных градуировочных моделей на БИК-спектрометре [4].

Сущность метода заключается в регистрации спектра пропускания анализируемой пробы в ближней инфракрасной области (далее – БИК) с помощью БИК-спектрометра и автоматическом расчёте значений массовых долей показателей качества продукции с помощью градуировочных моделей, полученных с использованием образцов, для которых значения указанных выше показателей определены стандартизованными методами.

**Цель лабораторной работы** - освоить метод БИК-спектрометрии для исследований биохимического состава растениеводческой продукции.

**Задание:** познакомиться с работой прибора Инфралюм ФТ-10, провести анализ биохимического состава пшеничной муки, картофеля, зерна пшеницы, по результатам измерений провести оценку приемлемости и сделать вывод.

**Материалы и посуда:** пробы продукции (картофель, пшеничная мука, зерно пшеницы), средство для измельчения картофеля (тёрка, блендер), кюветы для измерения проб, воронка для кювет, шпатель.

#### **Ход выполнения работы:**

##### *1. Подготовка проб к измерению*

Если анализируемые пробы хранят в холодильнике, то перед измерением их выдерживают не менее 2 часов до достижения пробами температуры помещения.

Пробы цельного зерна очищают от сорной примеси. Остальные пробы перед измерениями размалывают на лабораторной мельнице.

Готовая пшеничная мука не подлежит пробоподготовке.

Картофель измельчают и гомогенизируют с помощью тёрки, блендера или гомогенизатора.

## *2. Выполнение измерений*

БИК-анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации. Прибор с компьютером включают за 20 минут до начала измерений. Настроить программу под управлением которой работает БИК-анализатор.

Измерительную кювету перед каждым заполнением тщательно очищают с помощью кисточки или сухой хлопчатобумажной ткани. Стеклокюветы должны быть без разводов и отпечатков. Кювету допускается держать только за металлическую раму.

Подготовленный образец тщательно перемешивают шпателем, при этом контейнер с образцом необходимо держать под углом 45°.

Заполняют измерительную кювету образцом так, чтобы он был равномерно распределён по всему объёму, с помощью воронки для заполнения измерительных кювет. Не допускается насыпать образец в измерительную кювету прямо из контейнера, так как это может привести к его фракционированию. Избегают встряхивания и резких движений с заполненной измерительной кюветой.

Пастообразными пробами заполняют кювету так, чтобы не оставались воздушные полости.

Выполнение измерений заключается в двукратной регистрации спектра пропускания анализируемой пробы в соответствии с руководством по эксплуатации БИК-анализатора в тех же условиях, в которых были зарегистрированы спектры

образцов для градуировки и дополнительного набора. Для каждой регистрации спектра измерительную кювету заполняют пробой заново.

Обработка результатов измерений производится автоматически с использованием градуировочных моделей, рассчитанных программным обеспечением.

Значения определяемых показателей выводятся на дисплей компьютера, печать или сохраняются в файле отчёта. Вычисляют значения показателей, соответствующие двум зарегистрированным спектрам пропускания пробы, и рассматривают полученные значения как результаты двух параллельных определений.

За окончательный результат определения показателя принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (для влаги, сырого жира, сырой золы – не более 0,3, для сырого протеина, белка – не более 0,7, для других показателей не более – 0,5). При невыполнении этого условия измерения повторяют, обращая особое внимание на правильность заполнения кюветы БИК-анализатора пробой. Результат округляют до первого десятичного знака.

### **Контрольные вопросы**

1. В каком диапазоне длин волн проводятся измерения БИК-анализатором?
2. Каким образом проводится градуировка прибора?
3. Что обозначает оповещение программы БИК-анализатора «Аномальный образец»?
4. Что представляет собой спектр пропускания какой-либо пробы?
5. Будут ли различаться спектры пропускания проб одной и той же культуры выращенной в разных климатических зонах?

## Лабораторная работа № 8

### Определение хлорида натрия в творожных изделиях и сырах методом фототурбидиметрии

Метод основан на получении труднорастворимого соединения хлорида серебра и измерении оптической плотности суспензии. Для избирательности определения фотометрическую реакцию проводят в кислой среде в присутствии азотной кислоты.

**Цель лабораторной работы** - освоить метод турбидиметрических измерений для проведения анализа на содержание хлорида натрия.

**Задание:** провести анализ содержания хлорида натрия в одном из предложенных на занятии продуктов, составить перечень оборудования используемого в методике с указанием типа, по результатам измерений провести расчёты и сделать вывод.

**Материалы и посуда:** пробы творожных изделий или сыра, средство для измельчения (тёрка или блендер), химический стакан на 250 мл, стеклянная палочка с резиновым наконечником, мерная колба на 100 мл, бумажный складчатый фильтр, мерная пипетка на 1 мл, мерные цилиндры на 10 мл, мерные колбы (6 шт.) на 50 мл, кюветы для проведения измерений на спектрофометре.

#### **Ход выполнения работы:**

1. Навеску творожного изделия или измельчённого сыра массой  $(5,00 \pm 0,01)$  г помещают в химический стакан на 250 мл и приливают 50 мл горячей дистиллированной воды ( $90^\circ\text{C}$ ), тщательно растирают стеклянной палочкой с резиновым наконечником.

2. Параллельно с исследуемой пробой проводят подготовку контрольного раствора, который содержит все реактивы, кроме фильтрата.

3. Полученную массу количественно перенести в мерную колбу на 100 мл, охладить до комнатной температуры и довести водой до метки, дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Фильтрат должен быть прозрачным, иначе фильтрование повторяют.

4. Пипеткой помещают 1 мл фильтрата в мерную колбу вместительностью 100 мл, мерным цилиндром добавляют 4 мл раствора  $\text{HNO}_3$  и дистиллированную воду до общего объёма 50 мл (до плечиков колбы).

5. В колбу вводят 4,0 мл раствора желатины, 2,0 мл раствора нитрата серебра, перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой и снова перемешивают.

6. Раствор выдерживают в затемнённом месте точно! 10 мин для наиболее полного образования суспензии и измеряют оптическую плотность полученной взвеси относительно контрольного раствора.

7. Фотометрируют полученные растворы при длине волны 330 нм в кюветах на 10 мм, тщательно перемешивая перед внесением в кювету

8. Для приготовления шкалы градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 50 мл из бюретки последовательно помещают 1, 2, 4, 5, 6, 7 мл стандартного раствора  $\text{NaCl}$  с концентрацией 0,1 мг/мл, добавляют 10 мл азотной кислоты, 2 мл раствора желатина и 10 мл раствора  $\text{AgNO}_3$ . Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Через 5 мин (время образования суспензии  $\text{AgCl}$ ) растворы поочередно переносят в кювету и

не менее трех раз измеряют абсорбцию. Находят среднее значение абсорбции каждой суспензии. По полученным данным строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрацию хлорид-ионов (в мг/мл), а по оси ординат – соответствующее среднее значение абсорбции суспензии.

По градуировочному графику находят содержание хлорида натрия в растворе ( $c_x$ , мг/мл). Массу хлорида натрия в анализируемом продукте ( $m$ , г) рассчитывают по формуле:

$$m = (c_x \cdot V \cdot 100) / (V_a \cdot 1000),$$

где  $V$  – общий объем экстракта, полученный из навески продукта, мл;

$V_a$  – объем взятого для анализа фильтрата, мл.

Содержание хлорида натрия в анализируемом продукте в % вычисляют по формуле:

$$w = \cdot 100 / m_H,$$

где  $m_H$  – масса навески творожного продукта или сыра, г.

#### Форма таблицы для записи результатов измерений

Номер колбы	1	2	3	4	5	6	Исследуемый образец
Концентрация NaCl в колбе, мг/мл							
$A_1$ , ед. абсорбции							
$A_2$ , ед. абсорбции							
$A_3$ , ед. абсорбции							
$A_{\text{среднее}}$ , ед. абсорбции							

### **Контрольные вопросы**

1. В чем суть методов турбидиметрии и нефелометрии?
2. Что характеризует молярный коэффициент мутности?
3. Какие приборы используют для турбидиметрических измерений?
4. Для чего добавляют раствор желатина в состав реакционной смеси?
5. Какие факторы оказывают влияние на результаты измерений в турбидиметрическом методе?

## Лабораторная работа № 9

### Поляриметрическое определение сахарозы в сахаре

Метод распространяется на белый сахар (кристаллический, кусковой), сахар-песок.

Метод основан на определении массовой доли сахарозы в анализируемом растворе путём измерения угла поворота плоскости поляризации света сахариметром круговым или поляриметром.

Показание поляриметра в градусах международной сахарной шкалы ( $^{\circ}Z$ ) выражает содержание сахарозы в исследуемом растворе при поляриметрическом методе определения массовой доли сахарозы в продукте. Один градус сахарной шкалы соответствует одному проценту массовой доли сахарозы в растворе [3].

**Цель лабораторной работы** - освоить поляриметрический метод для измерения содержания сахарозы в сахаре.

**Задание:** познакомиться с порядком работы на поляриметре круговом, провести лабораторный анализ образца сахара на содержание сахарозы, составить список лабораторного оборудования используемого в методике с указанием типа, представить результат с учётом границ абсолютной погрешности и сделать вывод по результатам проделанной работы.

**Материалы и посуда:** пробы сахара, сухая мерная колба на 100 мл, фарфоровая чашка на 50 мл, ступка с пестиком, промывалка с тёплой дистиллированной водой, стеклянная воронка диаметром 5 см, стеклянная воронка диаметром 3 см, пипетки Пастера, кюветы (поляриметрические трубки) для проведения измерений, контрольные кюветы с кварцевыми поляриметрическими пластинами

#### **Ход выполнения работы:**

##### *1. Определение массы колбы*

Чистую и сухую мерную колбу вместимостью 100 мл взвешивают, записывая результат взвешивания ( $m_1$ ) в граммах до третьего десятичного знака.

## *2. Подготовка пробы для измерений*

2.1. В фарфоровой чашке взвешивают 26,000 г сахара (сахар белый кусковой предварительно быстро измельчают в фарфоровой ступке пестиком), растворяют небольшими порциями тёплой дистиллированной воды и количественно переносят в подготовленную по п. 1 мерную колбу, перемешивая содержимое колбы круговыми движениями.

2.2. В колбу добавляют дистиллированную воду, ополаскивая горловину колбы, в таком объёме, чтобы уровень раствора не достигал примерно 20 мм до отметки.

2.3. Колбу с раствором помещают в термостат на 15 мин для достижения температуры ( $20,0 \pm 0,1$ ) °С.

2.4. Объем раствора доводят дистиллированной водой температуры ( $20,0 \pm 0,1$ ) °С до отметки с помощью пипетки с вытянутым концом. Осушают внутреннюю поверхность горловины до отметки. Колбу осушают снаружи, накрывают стеклянной воронкой и оставляют на 30 мин рядом с весами. Определяют массу колбы с раствором, записывая результат взвешивания ( $m_1$ ) в граммах до третьего десятичного знака. Затем закрывают чистой сухой пробкой и тщательно перемешивают её содержимое встряхиванием в руке.

2.5. Измеряют температуру раствора в колбе и записывают показания термометра ( $t_p$ ) с точностью до первого десятичного знака.

## *3. Выполнение измерений на поляриметре или сахариметре круговом:*

3.1. Включить прибор и дать ему прогреться 3-5 минут. Фокусировкой окуляра добиться отчётливой линии раздела двух полей зрения окуляра с пустым кюветным отделением.

3.2. Определить нулевой отсчёт без трубки (с пустым кюветным отделением). Для этого поворотом анализатора А добиться максимальной идентичности в освещённости трёх полей зрения окуляра (освещённость должна быть минимальной).

Глядя через встроенную лупу, по лимбу и нониусу сделать отсчёт ( $P_0$ ). Нулевой отсчёт определить не менее 3 раз, каждый раз сбивая его поворотом лимба вправо или влево. Результаты для нулевой концентрации с точностью до второго десятичного знака занести в рабочую таблицу и рассчитать среднее арифметическое значение. После проведения измерений измерить температуру в кюветном отделении и учитывать её в расчётах ( $t$ ).

4. Повторить измерения для трубки с дистиллированной водой ( $P_m$ ), результаты занести в таблицу.

Наполняют кювету раствором или водой так, чтобы в кювете не образовались пузырьки воздуха, закрывают покровным стеклом и прижимают головкой кюветы, избегая образования напряжения, которое может повлиять на оптическое вращение раствора.

5. Сполоснуть измеряемым раствором поляризметрическую трубку и наполнить без образования пузырьков воздуха. Уложить трубку с измеряемым раствором в поляриметр и снова сфокусировать линию раздела двух полей.

6. Вращением анализатора снова добиться одинаковой освещённости (минимальной) двух полей зрения окуляра (линия раздела при этом исчезнет). Сделать отсчёт по шкале нониуса. Отсчёт произвести не менее 3 раз, сбивая положение лимба вправо и влево, результаты заносятся в таблицу. Для данной концентрации рассчитать средний угол поворота ( $P_p$ ).

7. Определить значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляризационными пластинами  $Q_t$ ,  $^{\circ}Z$ , вычисляя по формуле:

$$Q_t = Q_{20}[1 + 0,00014 (t - 20)],$$

где  $Q_{20}$  – известное значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляризационными пластинами,  $^{\circ}Z$ ;

0,00014 – постоянное число,  $^{\circ}C^{-1}$ ;

$t$  – температура в измерительном отсеке прибора,  $^{\circ}C$ .

8. Определить значение поляризации раствора,  $P_p$ , вычисляя по формуле:

$$P_{20} = (P_p - P_m)(Q_{20}/(Q_t - P_0))(1 + c \cdot (t_p - 20) + 0,000144 \cdot (t - 20)),$$

где  $P_p$  – значение поляризации раствора по среднеарифметическое значение результатов трех измерений, округляют результат до второго десятичного знака,  $^{\circ}Z$ ;

$P_m$  – показание сахариметра с поляризационной кюветой заполненной дистиллированной водой,  $^{\circ}Z$ ;

$Q_{20}$  – известное значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляризационными пластинами,  $^{\circ}Z$ ;

$Q_t$  – расчетное значение поляризации света контрольной кюветы с кварцевыми поляризационными пластинами при температуре измерения,  $^{\circ}Z$ ;

$P_0$  – показание сахариметра при пустом измерительном отсеке,  $^{\circ}Z$ ;  $t_p$  – температура раствора в колбе,  $^{\circ}C$ ;

$t$  – температура в измерительном отсеке прибора во время измерения поляризации раствора,  $^{\circ}C$ ;

$c$  – коэффициент, зависящий от материала изготовления поляризационных кювет: 0,000467 – для поляризационных кювет, изготовленных из боросиликатного стекла (например, Дуран, Ругех); 0,000462 – для поляризационных кювет, изготовленных из оконного стекла (например, КПС); 0,000455 – для поляризационных кювет, изготовленных из нержавеющей стали.

Значение поправки на объем  $\Pi$ , определяется следующим образом:

Вычисляют массу раствора:  $m_v = m_2 - m_1$ ,

$m_2$  – масса мерной колбы с раствором, г;

$m_1$  – масса пустой мерной колбы, г.

Полученный результат переводят в объем и находят поправку на объем к величине поляризации  $P_{20}$  по таблице, приведённой в приложении 2. Пример определения поправки по таблице: при  $m_v = 109,717$  г, по таблице (приложение 2) определяем  $V = 100,060$  мл и поправку, которая равна  $+ 0,060$  °Z.

Значение истинной поляризации (P), соответствующее концентрации сахарозы в сахаре, определяют по формуле:

$$P = P_{20} + \Pi,$$

где  $\Pi$  – значение поправки на объем (приложение 2), °Z.

Границы абсолютной погрешности при  $P = 0,95$  поляриметрического метода определения массовой доли сахарозы в сахаре  $A = \pm 0,07$  °Z.

Форма таблицы для записи результатов измерений

Номер измерения	$P_0$ , °Z	$P_m$ , °Z	$P_p$ , °Z	$m_1$ , г	$m_2$ , г	$t$ , °C	$t_p$ , °C
1	...	...	...				
2	...	...	...				
3	...	...	...				
Среднее	...	...	...				

### Контрольные вопросы

1. Что такое свет с точки зрения волновой теории? Что колеблется в световой волне?

2. В чем заключается различие естественного и поляризованного света?

3. Объясните принцип действия поляриметра.

4. Как изменится угол поворота плоскости поляризации, если концентрацию глюкозы увеличить в два раза, а длину трубки уменьшить в полтора раза?

5. Какие вещества называются оптически активными?

## Лабораторная работа № 10

### Определение содержания растворимых сухих веществ и сахаров в плодоовощной продукции методом рефрактометрии

Метод используется для определения растворимых сухих веществ в объектах, богатых сахарозой: сладких блюдах, напитках, соках без мякоти, различных сиропах. Метод основан на зависимости между коэффициентом преломления исследуемого объекта или водной вытяжки из него и концентрацией сахарозы. Коэффициент преломления зависит от температуры, поэтому замер проводят после термостатирования призм и исследуемого раствора [5].

**Цель лабораторной работы** - освоить метод рефрактометрии для определения содержания сухих веществ и сахарозы в плодоовощной продукции.

**Задание:** познакомиться с порядком работы на рефрактометре, провести анализ образцов плодоовощной продукции на содержание сухих веществ и/или сахарозы методом рефрактометрии, полученные результаты сравнить с нормативными и сделать вывод о проведённой работе.

**Материалы и посуда:** пробы плодоовощной продукции (соки, нектары, сокосодержащие напитки и морсы, пюре и т.п.), ступка с пестиком, центрифужные пробирки на 50 мл с крышкой, штатив для пробирок, промывалка с дистиллированной водой, сухая марля или нетканые салфетки, пипетки Пастера.

#### **Ход выполнения работы:**

##### *1. Подготовка пробы для измерений*

Жидкие продукты, не содержащие большого количества взвешенных частиц (соки, нектары, сокосодержащие напитки

и морсы), тщательно перемешивают и используют для измерений.

Клетки цитрусовых фруктов перед измерением измельчают с помощью блендера или растирают в ступке до достижения гомогенности.

Вязкие продукты, такие как концентрированные соки и сиропы, тщательно перемешивают и используют для измерений.

Фруктовые и овощные пюре тщательно перемешивают и центрифугируют при центрифужном ускорении 3000 g в течение 10 мин. Отделяемую жидкость – супернатант используют для измерений.

## *2. Выполнение измерений на рефрактометре*

2.1. Перед началом работы на штуцеры рефрактометра надевают резиновые шланги и соединяют их с термостатом, отрегулированным на 20 °С.

2.2. Через 10 мин проверяют показания прибора по дистиллированной воде.

2.3. На нижнюю призму рефрактометра оплавленной стеклянной палочкой наносят 1-2 капли дистиллированной воды, опускают верхнюю призму и через 2-3 мин проводят измерение. Граница светотени должна быть чёткой и проходить через точку пересечения нитей (перекрестие). Если этого не наблюдается, то регулировочным винтом справа добиваются совпадения границы светотени с перекрестием. Рефрактометр установлен на показатель преломления дистиллированной воды при 20 °С 1,3329, что соответствует 0 % сухих веществ.

2.4. Призмы рефрактометра вытирают сухой марлей и оплавленной стеклянной палочкой наносят 1-2 капли иссле-

дуемой жидкости. Опускают верхнюю призму и через 2-3 мин производят измерение.

2.5. Процедуру измерений производят 3 раза, заносят в таблицу и рассчитывают среднее арифметическое. По шкале рефрактометра определяют коэффициент преломления или массовую долю сухих веществ. Если шкала рефрактометра градуирована на коэффициенты преломления ( $n$ ), то по специальной таблице находят массовую долю растворимых сухих веществ. При отсутствии термостата замеряют температуру раствора и учитывают температурную поправку (приложение 3).

Массовую долю растворимых сухих веществ допускается выражать в градусах Брикса ( $^{\circ}$  Брикса).  $1^{\circ}$  Брикса соответствует 1 %.

Форма таблицы для записи результатов измерений

Название пробы	$n_1$	$n_2$	$n_3$	$n_{\text{ср}}$
...				
...				
...				

### Контрольные вопросы

1. В чем суть законов отражения и преломления света?
2. Абсолютный и относительный показатели преломления, их физический смысл.
3. Что такое явление полного внутреннего отражения?
4. Дайте понятие предельного угла падения.
5. Устройство и принцип действия рефрактометра АББЕ.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При изучении дисциплины «Инструментальные методы оценки качества сельскохозяйственной продукции», студенты должны научиться настраивать оборудование, проводить калибровку и измерения на лабораторном оборудовании, самостоятельно подбирать и контролировать условия измерений, осваивать методы испытаний продукции по нормативным документам, проводить оценку приемлемости результатов измерений, знать основные правила безопасной работы в лаборатории. После изучения дисциплины студенты должны овладеть основными инструментальными методами качественного и количественного анализа сельскохозяйственной продукции.

Успешное освоение дисциплины возможно при комплексной работе студента с изучением теоретического материала во время лекций, самостоятельной работы, подготовке лабораторным работам, выступлением на семинарах, выполнении лабораторных работ в учебной лаборатории, посещении экскурсий в производственных и научно-исследовательских лабораториях, а также посещении тематических выставок для знакомства с современным оборудованием.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. ГОСТ Р 51417–99. Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение массовой доли азота и вычисление массовой доли сырого протеина. Метод Кьельдаля : утверждён Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 года № 572-ст : введён в действие с 1 января 2001 года. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200028421> (дата обращения: 16.04.2024).

2. ГОСТ 27753.4–88. Грунты тепличные. Метод определения общей засоленности : утверждён Постановлением Госстандарта СССР от 23 июня 1988 года № 2184 : введён в действие с 1 января 1990 года. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200023538> (дата обращения: 16.04.2024).

3. ГОСТ 12571–2013. Сахар. Метод определения сахарозы : утверждён протоколом Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации от 3 декабря 2013 года № 62-п : введён в действие с 1 февраля 2015 года. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200107803> (дата обращения: 16.04.2024).

4. ГОСТ Р 57543–2017. Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения содержания сырого протеина, сырой клетчатки, сырого жира и влаги с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области в режиме измерения спектров пропускания : утверждён приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 июля 2017 года № 697-ст : введён в действие с 1 июля 2018 года. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200146242> (дата обращения: 16.04.2024).

5. ГОСТ 34128–2017. Продукция соковая. Рефрактометрический метод определения массовой доли растворимых сухих веществ : утверждён протоколом Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации от 1 июня 2017 года № 51 : введён в действие с 1 января 2019 года. – URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200146896> (дата обращения: 16.04.2024).

6. МУ 31–04/04. Методика выполнения измерений массовой концентрации цинка, кадмия, свинца и меди в пищевых продуктах, продовольственном сырье, кормах и продуктах из переработки методом инверсионной вольтамперометрии на анализаторах типа ТА. – Томск : Томьаналит, 2004. – 36 с.

## Приложение 1

Коэффициенты температурной поправки кондуктометрических измерений

Температура раствора, °С	<i>K</i>
15	1,254
16	1,224
17	1,196
18	1,168
19	1,142
20	1,118
21	1,092
22	1,067
23	1,044
24	1,021
25	1,000
26	0,979
27	0,960
28	0,941
29	0,923
30	0,906

## Приложение 2

Значения поправок к величине поляризации  $P_{20}$ , учитывающих отклонение объёма раствора в колбе вместимостью от 100 мл

$m_v$ , г	V, мл	Поправка, $^{\circ}Z$	$m_v$ , г	V, мл	Поправка, $^{\circ}Z$
109,461	99,800	-0,200	109,670	100,010	+ 0,010
109,471	99,810	-0,190	109,680	100,020	+ 0,020
109,481	99,820	-0,180	109,690	100,030	+ 0,030
109,491	99,830	-0,170	109,700	100,040	+ 0,040
109,501	99,840	-0,160	109,710	100,050	+ 0,050
109,511	99,850	-0,150	109,720	100,060	+ 0,060
109,521	99,860	-0,140	109,730	100,070	+ 0,070
109,531	99,870	-0,130	109,740	100,080	+ 0,080
109,541	99,880	-0,120	109,750	100,090	+ 0,090
109,551	99,890	-0,110	109,760	100,100	+ 0,100
109,561	99,900	-0,100	109,770	100,110	+ 0,110
109,571	99,910	-0,090	109,780	100,120	+ 0,120
109,581	99,920	-0,080	109,790	100,130	+ 0,130
109,591	99,930	-0,070	109,800	100,140	+ 0,140
109,601	99,940	-0,060	109,810	100,150	+ 0,150
109,610	99,950	-0,050	109,820	100,160	+ 0,160
109,620	99,960	-0,040	109,830	100,170	+ 0,170
109,630	99,970	-0,030	109,840	100,180	+ 0,180
109,640	99,980	-0,020	109,850	100,190	+ 0,190
109,650	99,990	-0,010	109,860	100,200	+ 0,200
109,660	100,00	$\pm 0$	-	-	-

### Приложение 3

#### Температурные поправки при рефрактометрических измерениях

Темпе- ратура, °С	Содержание сахарозы, % (° Брикса)									
	5	10	15	20	30	40	50	60	70	75
От показания прибора следует вычитать:										
15	0,25	0,27	0,31	0,31	0,34	0,35	0,36	0,37	0,36	0,36
16	0,21	0,23	0,27	0,27	0,29	0,31	0,31	0,32	0,31	0,23
17	0,16	0,18	0,20	0,20	0,22	0,23	0,23	0,23	0,20	0,17
18	0,11	0,12	0,14	0,15	0,16	0,16	0,15	0,12	0,12	0,09
19	0,06	0,07	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09	0,08	0,07	0,05
К показанию прибора следует прибавить:										
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
22	0,12	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14
23	0,18	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,22
24	0,24	0,26	0,26	0,27	0,28	0,28	0,28	0,28	0,29	0,29
25	0,30	0,32	0,32	0,34	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37