

CHEMIA ŚRODKÓW BIOAKTYWNYCH I KOSMETYKÓW
PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ

Ćwiczenie 10

Analiza chemicznych dodatków do żywności
-spektrofotometryczne oznaczenie kwasu fosforowego (V) E338,
w napojach bezalkoholowych

Ćwiczenie obejmuje:

1. Wyznaczenie analitycznej długości fali oraz sporządzenie krzywej wzorcowej dla roztworu „błękitu molibdenowego” .
2. Spektrofotometryczne oznaczenie kwasu fosforowego(V) w napoju typu „soft-drink”.

WYKONANIE ĆWICZENIA

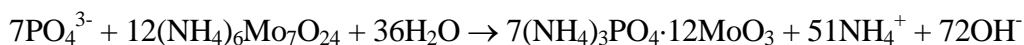
Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby miarowe 100 cm³ ,
zlewki 600 cm³ ,
pipety miarowe 10, 5 i 1 cm³ ,
pipeta pełna 10 cm³ ,
spektrofotometr UV-VIS,
komputer.

Stosowane odczynniki i roztwory:

wodorofosforandipotasowy – roztwór 1 g/l,
odczynnik barwny - roztwór (molibdenian amonu, winianu antymonylo-potasowy, kwas siarkowy) ,
kwas askorbowy -roztwór ,
próbka napoju typu „soft drink”.

Fosforany, zgodnie z przyjętymi normami, oznacza się metodą kolorymetryczną. Jony fosforanowe(V) reagują z molibdenianem amonu i winianem antymonylo-potasowym, tworząc kompleks fosforanowo-molibdenowy o barwie żółtej. Kompleks ten redukowany jest następnie kwasem askorbowym do niebieskiego kompleksu polioksomolibdenianu (błękitu molibdenowego). Zawartość fosforanów oznacza się kolorymetrycznie.



1. Wyznaczenie analitycznej długości fali oraz sporządzenie krzywej wzorcowej dla roztworu „błękitu molibdenowego” ..

Przygotowanie roztworów wzorcowych

1. Sporządzić **roztwór roboczy I fosforanów** o stężeniu $0,1 \text{ g/dm}^3 \text{ PO}_4 - \text{P}$ (*zawartość fosforu oznaczanego w postaci PO_4^{2-}*).

W tym celu do kolby miarowej o pojemności 100 cm^3 odmierzyć 10 cm^3 roztworu podstawowego fosforanów, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór jest nietrwały.

2. Wykonać **roztwór roboczy II fosforanów** o stężeniu $0,01 \text{ g/dm}^3 \text{ PO}_4 - \text{P}$.

W tym celu do kolby miarowej o pojemności 100 cm^3 odmierzyć 10 cm^3 roztworu roboczego I fosforanów, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór jest

nietrwały. 4 Wykonać **roztwory wzorcowe**.

- Do 7 kolbek miarowych o pojemności 100 cm^3 odmierzyć kolejno: 0,0; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 cm^3 roztworu roboczego II fosforanów.
- Do każdej kolbki dodać 4 cm^3 roztworu molibdenianu amonowego, roztwory dokładnie wymieszać.
- Następnie dodać po $0,5 \text{ cm}^3$ roztworu kwasu askorbowego i ponownie wymieszać. Każdą kolbkę dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Tak przygotowane roztwory zawierają odpowiednio 0,0; 0,1; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 i 0,7 $\text{mg PO}_4^{3-} - \text{P/dm}^3$.

Wyznaczanie analitycznej długości fali

1. Po upływie 10 minut, ale przed upływem 30 minut od sporządzenia roztworów wykonać pomiar zależności absorbancji od długości fali dla dwóch stężeń ($0,4 \text{ mg/dm}^3$ i $0,7 \text{ mg/dm}^3$) w zakresie długości fali 500 - 1050 nm.

2. Wprowadzić odczytaną analityczną długość fali ($A_{\text{,raax}}$) jako długość fali, przy której dokonujemy pomiarów absorbancji w funkcji stężenia $A = f(c)$.

3. W przypadku występowania na krzywej $A = f(\lambda)$ więcej niż jednego maksimum, jako analityczną długość fali przyjmujemy tę, przy której wartość absorbancji jest największa.

Sporządzenie krzywej wzorcowej dla roztworu „błękitu molibdenowego” ..

1. Podobnie jak w przypadku wyznaczania analitycznej długości fali, pomiary absorbancji dla wszystkich roztworów wzorcowych, należy wykonać po upływie 10 minut ale przed upływem 30 minut od czasu ich sporządzenia.
2. Wyniki przedstawić w tabeli wg wzoru:

Pomiar	1	2	3	4	5	6	7
PO_4^{3-} - P [mg/l]							
Absorbancja							

3. Korzystając z programu komputerowego wykreślić krzywą wzorcową oraz sprawdzić współczynnik korelacji liniowej pomiędzy stężeniem a zmierzonymi wielkościami absorbancji.

Oznaczenie ilości kwasu fosforowego w próbce napoju typu cola

Opis wykonania oznaczenia stężenia fosforanów w próbce napoju

1. Pobrać 20 ml próbki badanej (napoju typu cola) do zlewki na 100 cm³.
Próbkę pozostawić w otwartej zlewce na 5 minut celem jej odgazowania
2. Odgazowaną próbkę rozcieńczyć dwustopniowo:
 - a. **Roztwór roboczy I** - pobrać pipetą miarową 5 cm³ badanego napoju do kolby miarowej o pojemności 100 cm³ i rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski, dokładnie wymieszać.
 - b. **Roztwór roboczy II** - do kolby miarowej o pojemności 100 cm³ pobrać pipetą miarową 5 cm³ roztworu roboczego I.
3. Do kolbki dodać 2 cm³ roztworu molibdenianu amonowego, dokładnie wymieszać.
4. Następnie dodać 0,2 cm³ roztworu kwasu askorbowego i ponownie wymieszać
5. Kolbkę dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać
6. Po **upływie 10 minut, ale przed upływem 30 minut od sporządzenia roztworów**, wykonać pomiar absorbancji przy wyznaczonej analitycznej długości fali, stosując jako odnośnik pierwszy wzorzec użyty do sporządzania krzywej wzorcowej (ślepa próba).
7. Wykonać minimum 3 powtórzeń analizy danej próbki napoju
8. Zawartość fosforanów w analizowanej próbce obliczyć ze wzoru:

$$m = x \cdot f \text{ [mg/dm}^3\text{]}$$

gdzie: x- zawartość fosforanów w badanej próbce odczytana z krzywej wzorcowej (mg/dm³)

f – współczynnik wynikający z rozcieńczenia próbki badanej $f = 400 \cdot 98 / 31 = 1264.4$

9. Wyniki oznaczeń zebrać w tabeli , której wzór znajduje się poniżej:

Nr oznaczenia	Odczytana wartość absorbancji	Obliczone stężenie z krzywej kalibracyjnej	Zawartość fosforanów w badanej próbce (mg/dm ³)	Średnia zawartość fosforanów (mg/dm ³)*
1				
2				
3				

*zawartość średnia – po odrzuceniu wyników wątpliwych