Pracownia klasycznej analizy ilościowej

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

Ćwiczenie obejmuje:

- Wyznaczanie analitycznej długości fali dla analizy fosforanów
- Sporządzenie roztworów do krzywej wzorcowej
- Pomiar spektrofotometryczny krzywej
- Spektrofotometryczne oznaczenie fosforanów w napojach typu „cola”

Spektrofotometryczne oznaczenie kwasu fosforowego (V) E338

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby miarowe 100 cm^3 , zlewki 600 cm^3, pipety miarowe 10, 5 i 1 cm^3, pipeta pełna 10 cm^3, spektrofotometr UV-VIS

Stosowane odczynniki i **roztwory:**

wodorofosforandipotasowy – roztwór 1 g/dm^3, odczynnik barwny - roztwór (molibdenian amonu, winianu antymonylo-potasowy, kwas siarkowy), kwas askorbinowy - roztwór

Zasada metody

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 jest redukowany kwasem askorbinowym do niebieskiego kompleksu polioksomolibdenianu (błękitu molibdenowego). Zawartość fosforanów oznacza się kolorymetrycznie.

$$7PO_4^{3-} + 12(NH_4)_6Mo_7O_{24} + 36H_2O \rightarrow 7(NH_4)_3PO_4x12MoO_3 + 51NH_4^+ + 72OH^-$$

Wyznaczenie analitycznej długości fali oraz sporządzenie krzywej wzorcowej

Przygotowanie roztworów wzorcowych

1. **Roztwór roboczy I fosforanów** o stężeniu 0,1 g/dm^3 PO_4^{3-}/P: 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. **Roztwór roboczy II fosforanów** o stężeniu 0,01 g/dm^3 PO_4^{3-}/P: 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.
3. 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, dokładnie wymieszać. Następnie dodać po 0,5 cm^3 roztworu

kwasu askorbinowego 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 PO_4^{3-}/P [mg/dm^3].

Wyznaczanie analitycznej długości fali

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

Zarejestrowanie krzywej wzorcowej

Pomiary absorbancji roztworów wzorcowych należy wykonać po upływie 10 minut ale przed upływem 30 minut od ich sporządzenia.

Wyniki pomiarów absorbancji zamieścić w tabeli:

PO_4^{3-} /P [mg/dm^3]	0	0,1	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7
Absorbancja							

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

Odgazować próbkę napoju: pobrać 20-30 cm^3 badanej próbki do zlewki, pozostawić do odgazowania. Do pomiaru próbkę należy przygotować w następujący sposób: pobrać pipetą miarową 5 cm^3 badanego napoju do kolby miarowej o pojemności 100 cm^3 i rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski, dokładnie wymieszać – otrzymano w ten sposób **roztwór roboczy I napoju**. Następnie do kolby miarowej o pojemności 100 cm^3 pobrać pipetą miarową 5 cm^3 roztworu **roboczego I napoju**, dodać 2 cm^3 roztworu molibdenianu amonowego, wymieszać, dodać 0,2 cm^3 roztworu kwasu askorbinowego, wymieszać, kolbkę dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

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). Należy wykonać minimum 3 powtórzenia analizy danej próbki napoju.

Zawartość fosforanów w analizowanej próbce obliczyć ze wzoru:

$$m = x \cdot f \cdot w \ [mg/dm^3]$$

gdzie:

x - zawartość fosforanów (w przeliczeniu na fosfor) w badanej próbce odczytana z krzywej wzorcowej [mg/dm^3]

f – mnożnik analityczny przeliczający zawartość fosforu na fosforany

w – współczynnik wynikający z rozcieńczenia próbki

Wyniki zebrać w tabeli:

Nr oznaczenia	Absorbancja	Odpowiadające stężenie odczytane z krzywej kalibracyjnej	Zawartość PO_4^{3-} w badanej próbce [mg/dm^3]	Średnia zawartość fosforanów* [mg/dm^3]

* po odrzuceniu wyników wątpliwych