Министерство Сельского Хозяйства Российской Федерации

Федеральное государственное образовательное учреждение

высшего образования

Казанский государственный аграрный университет

Кафедра агрохимии и почвоведения

Контрольная работа по дисциплине «Инструментальные методы исследований»

Студента заочной формы обучения по направлению 35.04.03 Агрохимия и агропочвоведение

Профиль: «Экология почв и продовольственная безопасность»

Выполнил: Выполнил: Антонова Н. А.

Шифр зачетной книжки: АМ 322565

Проверил(а): д.с.-х.н., профессор.:

 Фасхутдинов Ф.Ш.

Казань,2023

Содержание.

1.Анализ биологических образцов, анализ пищевых продуктов.

1.2Титриметрические методы анализа

1.3Оптические методы анализа

1.4 Электрохимические методы анализа

1.5 Хроматографические методы анализа.

2.Источники излучения, используемые в атомно-эмиссионной спектрометрии.

2.1 Источники излучения для анализа растворов.

2.1.1 Пламена

2.1.2 Плазма

2.2 Источники излучения для прямого анализа

2.2.1 Дуга

2.2.2 Искра

3. Биологические методы исследований.

3.1 Метод наблюдения

3.2 Эксперимент

3.3 Сравнительный метод

3.4 Исторический метод

3.5 Метод моделирования

**1.2 Титриметрические методы анализа**

Общая характеристика метода

Титриметрический метод анализа является одним из наиболее важных методов количественного анализа.

Титриметрия - это метод количественного анализа, основанный на точном измерении объема раствора реагента с точно известной концентрацией, который израсходован на реакцию с аналитом.

Таким образом, аналитическим сигналом в титриметрии является объем раствора реагента V(R). Точность измерения объема (мл) должна составлять 1-2 знака после запятой, обычно 0,1 или 0,05 мл.

Основной операцией метода является титрование с помощью бюретки. Бюретка - это точный измерительный сосуд, позволяющий проводить определение объема раствора с точностью не менее 0,1 мл.

Титрование - это процесс добавления раствора реагента из бюретки к раствору аналита до тех пор, пока весь аналит не прореагирует. Момент окончания реакции фиксируют визуально по аналитическому эффекту (изменение, появление или исчезновение окраски; выпадение или растворение осадка).

Преимуществами титриметрического метода анализа являются:

быстрота проведения анализа (обычно несколько минут);

простота выполнения анализа (всего одна операция) и оборудования (бюретка);

высокая точность, равная 0,5% (зависит от точности определения концентрации и точности измерения объема);

возможность использования реакций всех 4 типов, протекающих в растворах, в связи с чем метод используется чаще гравиметрического;

низкая стоимость анализа;

универсальность: метод пригоден для анализа органических и

неорганических веществ, водных и неводных растворов.

Важнейший недостаток метода – меньшая точность по сравнению с гравиметрией. Это обусловлено тем, что точность измерения объема с помощью бюретки ниже точности взвешивания на аналитических весах.

В зависимости от типа используемых реакций титриметрические методы разделяют на четыре группы:

А)методы кислотно-основного титрования, основанные на использовании реакций нейтрализации;

Б)методы окислительно-восстановительного титрования;

В)методы осаждения;

Г)методы комплексообразования.

Кислотно-основное титрование

Основано на использовании реакций кислотно-основного взаимодействия; в качестве титрантов применяются растворы сильных кислот и сильных оснований;

В качестве титрантов используют сильные кислоты и основания. Если титрантом является кислота, метод называют ацидиметрия, если основание - алкалиметрия.

При помощи кислотно-основного титрования можно провести анализы пищевых продуктов, которые позволят определить:

-кислотность молочных продуктов, муки, хлебобулочных изделий, пива;

-высшие жирные кислоты в жирах и маслах;

-карбонильные соединения (альдегиды,кетоны);

Окислительно-восстановительное титрование

Основано на использовании окислительно-восстановительных реакций; в качестве титрантов применяются растворы окислителей и восстановителей;

Редоксиметрия - титриметрический метод титрования, основанный на окислительно-восстановительных реакциях.При анализе пищевых продуктов чаще всего применяется перманганатометрия и йодометрия.

Перманганатометрия – метод, основанный на обнаружении восстановителей путем титрования раствором KMnO4. При действии восстановителей перманганат-ион в кислотной среде переходит в бесцветный катион:

MnO4- + 8H+ + 5e- = Mn2+ + 4H2O

Данный метод позволяет определить:

· редуцирующие сахара в растительном материале;

· сахарозу в растительном материале;

Йодометрия – окислительно-восстановительный метод объемного анализа, в основе которого лежит измерение количества йода, которое расходуется на окисление восстановителя или выделяется во время взаимодействия окислителя с раствором йода. Основной реакцией метода является:

I2 + 2e > 2I-

Данный вид анализа позволяет определять:

· аскорбиновую кислоту в фруктовых соках;

· крахмал в диабетических продуктах;

· лактозу в молоке;

· редуцирующие сахара;

· общее кол-во сахара в продуктах кондитерского производства; глюкозу в вине.

Комплексонометрическое титрование

Основано на использовании реакций комплексообразования; в качестве титрантов применяются растворы металлов-комплексообразователей или лигандов;

Комплексоны образуют с ионами металлов прочные комплексы состава 1:1 (комплексонаты), что исключает ступенчатое комплексообразование и упрощает анализ и сопутствующие ему расчеты. Метод комплексонометрического титрования обладает рядом преимуществ:

высокой чувствительностью (до 10-3моль/л) и точностью (погрешность 0,1-0,3%),

быстр и прост в исполнении,

имеет достаточно высокую избирательность (селективность), что обеспечило его широкое применение в практике химического анализа.

Комплексонометрическое титрование дает возможность определить:

· наличие кальция и магния в молоке и мясе;

· кальций в сахарных растворах и мясных продуктах;

Осадительное титрование

Основано на использовании реакций осаждения; в качестве титрантов применяются растворы, содержащие катионы или анионы-осадители.

Для того, чтобы использовать реакцию осаждения в титриметрическом анализе, необходимо соблюдение следующих условий:

осадок должен быть практически нерастворимым, т. е. растворимость осадка не должна превышать 10-5 моль/л;

выпадение осадка должно происходить достаточно быстро;

результаты титрования не должны искажаться явлениями адсорбции;

должна иметься возможность фиксирования точки эквивалентности при титровании.

Эти требования значительно ограничивают круг реакций осаждения, используемых в титриметрическом анализе.

Наиболее широкое применение нашли следующие виды осадительного титрования:

аргентометрическое: титрант - раствор AgNO3;

тиоцианометрическое: титрант - раствор NH4SCN;

меркурометрическое: титрант - раствор Hg2(NO3)2;

сульфатометрическое: титрант - раствор BaCl2 или раствор H2SO2.

В осадительном титровании применяют три типа индикаторов - осадительные, металлохромные (комплексообразующие) и адсорбционные.

Осадительные индикаторы образуют с титрантом цветные осадки, при появлении которых заканчивают титрование. При этом важно, чтобы были выполнены два условия:

1)осадок титранта В с индикатором Ind должен быть более растворимым, чем осадок титранта с определяемым веществом А, т. е. S(BInd) > S(BA);

2)осадок с индикатором должен образовываться в пределах скачка титрования; если не выполнено первое условие, то титрант образует цветной осадок с индикатором в начале процесса титрования, и такой титрант непригоден.

Металлохромные индикаторы дают с титрантом цветной комплекс, образующийся в точке эквивалентности. При появлении цвета титрование заканчивают. Устойчивость этого комплекса должна быть меньше, чем устойчивость осадка, получающегося при осадительном титровании, т. к. в противном случае комплекс будет образовываться раньше осадка.

Адсорбционные индикаторы в растворах диссоциируют, образуя легко поляризующиеся окрашенные ионы, которые адсорбируются осадками, образующимися при титровании. Адсорбция окрашенного индикатора поверхностью осадка приводит к изменению его окраски.

В основном этот вид титрометрии направлен на определение хлоридов различными способами.

**1.3 Оптические методы анализа**

Оптические методы основаны на идентификации спектров веществ, а также на измерении интенсивности поглощаемого, излучаемого, отраженного или рассеянного света.

Фотометрические анализы

Фотометрические анализы основаны на измерении интенсивности светового потока, прошедшего через вещество или его раствор. Различают следующие фотометрические методы: спектрофотометрию, фотоколориметрию колориметрию.

Каждое вещество поглощает излучение с определенными (характерные только для него) длинами волн, т.е. длина волны поглощаемого излучения индивидуальна для каждого вещества, и на этом основан качественный анализ по светопоглощению.

Фотометрические методы анализа позволяют определять:

· железо (III) в питьевой воде и белом вине;

· нитритный и белковый азот в мясных продуктах;

· фосфор в молоке и зерне;

· белок в молоке, мясных продуктах,муке;

· цветность пива и белого сахара.

Рефрактометрический метод анализа

Рефрактометрический метод основан на преломлении луча света при прохождении луча через границу раздела прозрачных однородных сред. При падении луча света на границу раздела двух сред происходит частичное отражение света от поверхности раздела и частичное распространение света в другой среде. Найдя по закону преломления Снеллиуса (n=sinб/sinв) показатель преломления, который является индивидуальной константой для каждого вещества, можно по уравнению Лоренца найти молярную рефракцию, что в последующем позволяет определить компоненты вещества.

Рефрактометрический метод анализа дает возможность проводить анализ на определение:

· жира в сливочном масле и продуктах кондитерского производства;

· сахарозы в прозрачных сиропах и сладких творожных продуктах;

· лактозы в молоке;

· сухих веществ в кондитерских изделиях;

· этанола в пиве.

Поляриметрический метод анализа

Поляриметрические методы - оптический не спектральный метод анализа, основанный на вращении плоско поляризованного монохроматического луча света оптически активными веществами.

Данный метод основан на нахождении угла вращения плоскости поляризации света.

Данный метод анализа пищевых продуктов позволяют определять:

· сахарозу в сиропах и шоколаде;

· сорбита в диабетических продуктах;

· крахмала в зерне, картофеле и муке;

· определение лактозы в молочных продуктах.

Пламенно-фотометрический метод

Пламенно-фотометрический метод-вариант эмиссионного спектрального анализа, основанный на изменении интенсивности светового излучения определенной длины волны, испускаемого атомами элементов в результате возбуждения в пламени горелки.

Пламенно-фотометрический метод анализа способствует определению в образце:

· натрия, калия и кальция в соках и питьевой воде;

· хлорида натрия в сыре и мясных продуктах.

· определение натрия в молоке

**1.4Электрохимические методы анализа**

Электрохимические методы анализа основаны на изучении и использовании процессов, протекающих на поверхности электрода или в приэлектродном пространстве. Любой электрический параметр (потенциал, сила тока, сопротивление и др.), функционально связанный с концентрацией анализируемого раствора и поддающийся правильному измерению, может служить аналитическим сигналом.

Различают прямые и косвенные электрохимические методы. В прямых методах используют зависимость силы тока (потенциала и т.д.) от концентрации определяемого компонента. В косвенных методах силу тока (потенциал и т. д.) измеряют с целью нахождения концентрации.

Применение в анализе пищевых продуктов нашли потенциометрия, кондуктометрия и вольтамперометрия.

Потенциометрический метод анализа

Потенциометрический метод основан на измерении электродвижущих сил обратимых гальванических элементов и применяется для определения концентрации ионов в растворе. В Данном методе активно используется уравнение Нернста:

Е = Е° + R\*T/(n\*F) ln (аокис/авосст)

Где Е° - стандартный потенциал редокс-системы; R - универсальная газовая постоянная; Т - абсолютная температура; F- постоянная Фарадея; n - число электронов, принимающих участие в электродной реакции; аокис, авосст - активности соответственно окисленной и восстановленной форм редокс-системы.

Основными достоинствами потенциометрического метода являются его высокая точность, высокая чувствительность и возможность проводить титрования в более разбавленных растворах, чем это позволяют визуальные индикаторные методы. Необходимо отметить также возможности определения этим методом нескольких веществ в одном растворе без предварительного разделения и титрования в мутных и окрашенных средах.

Данный метод дает возможность проводить анализ пищевых продуктов на:

· наличие нитритов и нитратов в мясных продуктах;

· определение кислотности молочных продуктов, пива, ячменя и других зерновых культур;

· измерение рН сиропов;

· определение калия в молоке;

· определение крахмала в колбасных изделиях.

Кондуктометрический метод анализа

Кондуктометрический метод основан на изменении электрической проводимости растворов в зависимости от концентрации присутствующих заряженных частиц.

Объекты такого анализа - растворы электролитов.

Основные достоинства кондуктометрии:

высокая чувствительность (ниж. граница определяемых концентраций ~10-4-10-5 М), достаточно высокая точность (относительная погрешность определения 0,1-2%), простота методик, доступность аппаратуры, возможность исследования окрашенных и мутных р-ров, а также автоматизации анализа.

Кондуктометрический метод анализа дает возможность определить:

· сульфаты в растворе,

· определение лимонной кислоты в плодово-ягодном сырье;

· золу в сахаре и мелассе.

Амперометрический метод анализа(Вольтамперометрия)

Вольтамперометрия - группа методов, основанных на процессах электрохимического окисления или восстановления определяемого вещества, протекающих на микроэлектроде и обуславливающих возникновении диффузного тока. Методы основаны на изучении вольтамперных кривых, отражающих зависимость силы тока от приложенного напряжения. Вольтамперограммы позволяют одновременно получить информацию о качественном и количественном составе анализируемого раствора, а также о характере электродного процесса.

Для проведения вольтамперного анализа к системе электродов прикладывают напряжение от внешнего источника. Изменяя напряжение, изучают зависимость силу диффузионного тока от приложенной разности потенциалов, которая описывается вольтамперограммой.

График имеет форму волны и состоит из 3 участков. Участок I - от начала регистрации аналитического сигнала до начала электрохимической реакции, через ячейку проходит ток. Участок II - резкое увеличение тока за счет электрохимической реакции. Участок III - диффузионный ток, достигнув предельного значения, остается практически постоянным, электрохимическая реакция завершена.

Данным методом можно провести следующие анализы пищевых продуктов, которые определят:

· амилозу в крахмале;

· тяжелые металлы в молочных продуктах;

· аскорбиновую кислоту в напитках и соках.

**1.5 Хроматометрические методы анализа**

Хроматография - процесс, основанный на многократном повторении актов сорбции и десорбции вещества при перемещении его в потоке подвижной фазы вдоль неподвижного сорбента. Разделение сложных смесей хроматографическим способом основано на различной сорбируемости компонентов смеси. В процессе хроматографирования так называемая подвижная фаза (элюент), содержащая анализируемую пробу, перемещается через неподвижную фазу. Обычно неподвижная фаза представляет собой вещество с развитой поверхностью, а подвижная - поток газа или жидкости, фильтрующейся через слой сорбента. При этом происходит многократное повторение актов сорбции - десорбции, что является характерной особенностью хроматографического процесса и обуславливает эффективность хроматографического разделения.

Основные преимущества хроматографических методов:

· возможность разделения близких по свойствам веществ;

· высокая эффективность разделения, экспрессность, воспроизводимость,универсальность, возможность автоматизации;

· возможность идентификации соединений и изучения их физико-химических свойств, а также сочетание с другими физико-химическими методами анализа;

· широкий предел определяемых концентрация веществ.

Классификация хроматографических методов осуществляется по различным параметрам: агрегатному состоянию фаз и анализируемых веществ; механизму разделения; способу и целям проведения процесса и т.д.

Газовая хроматография

Газовая хроматография - метод разделения летучих, термостабильных соединений. Этим требованиям отвечает около 5% известных органических соединений, но именно эти соединения составляют 70-80 % соединений, которые использует человек в сфере производства и быта.

Виды газовой хроматографии:

1) газо-адсорбционная;

2) газо-жидкостная;

3) капиллярная газовая;

4) реакционная газовая;

5) хромато-масс-спектрометрия.

Достоинствами газовой хроматографии являются:

· сравнительная простота аппаратурного оформления;

· весьма широкие границы применимости (можно определять соединения, для которых достигается давление насыщенного пара 0,001-1 ммрт.ст.);

· возможность определения с высокой точностью малых количеств газов органических соединений;

· быстрота анализа;

Данный метод анализа позволяет:

· определять эфиры в спиртах;

· проводить анализ смеси спиртов;

· идентифицировать летучие вещества в алкогольсодержащих продуктах.

Ионообменная хроматография

Ионная хроматография - метод разделения и анализа веществ, основанный на эквивалентном обмене ионов анализируемой смеси и ионообменника (ионита). Происходит обмен ионами между фазами гетерогенной системы.

Достоинства ионообменной хроматографии:

· возможность определять большое число неорганических и органических ионов, а также одновременно определять катионы и анионы;

· высокая чувствительность определения (до 1 нг/мл без предварительного концентрирования;

· высокая селективность и экспрессность;

· малый объем анализируемой пробы (не более 2 мл образца);

Недостатки ионообменной хроматографии:

· сложность синтеза ионообменников, что значительно затрудняет развитие метода;

· невысокую эффективность разделения;

· необходимость высокой коррозионной стойкости хроматографической системы, особенно при определении катионов.

Ионообменная хроматография применяется для определения :

· кислот и красителей в продуктах сахарного производства;

· хлорида натрия в сливочном масле и молочных продуктах.

**2. Источники излучения, используемые в атомно-эмиссионной спектрометрии.**

**2.1 Источники излучения для анализа растворов.**

**2.1.1. Пламена.**

Пламена являются старейшим источником излучения в атомно-эмиссионной спектрометрии. Пламя — это экзотермическая реакция между двумя (или более) эле­ментами или соединениями в газообразной форме, одно из которых является горючим (ацетилен, пропан), другое —окислителем (воздух, кислород, оксид азота (I) N2O). Энергия выделяется в форме теплоты сгорания горю­чего. Пламена обычно горят при атмосферном давлении.

Для создания аналитических пламен может быть использован ряд газовых смесей. Наиболее часто используют пламена пропан-воздух, ацетилен-воздух и ацетилен-кислород, которые обеспечивают температуры 2200, 2500 и 3300 К соответственно. Увеличение температуры пламени ацетилен-кислород по срав­нению с пламенем ацетилен -воздух достигается благодаря отсутствию азота, поглощающего энергию. Могут быть использованы как стехиометрические, так и обогащенные, т. е. пламена с избытком горючего, чтобы уменьшить обра­зование оксидов определяемого элемента. Интересной особенностью пламени является то, что процесс этот самоподдерживающийся, до тех пор, пока посту­пают горючее и окислитель. Другими словами, нет необходимости в подведе­нии внешней энергии. Проба в жидком виде может быть введена в пламя, где она десольватируется, испаряется, диссоциирует и затем атомизируется, прежде чем будет возбуждена.

Пламя получают с помощью горелки, к которой подведены два газа и анализируемая проба. В горелке прямого ввода (или горелке полного расхо­да) пробу в форме раствора распыляют через капилляр и вводят непосред­ственно в пламя с помощью распыляющего газа, как, правило, окислителя. Горючее смешивается с окислителем и пробой у выходного отверстия горелки (рис. 2.4). Такое пламя обычно турбулентно. Поскольку горючее и окисли­тель смешиваются над горелкой, отсутствует риск взрыва, даже если газовая смесь имеет высокую скорость горения, например, ацетилен-кислород (11 м/с).

В горелке предварительного смешения раствор распыляют в виде аэрозоля с помощью окислителя через смесительную камеру. Полученную в результа­те смесь аэрозоль-окислитель затем смешивают с горючим перед введением в горелку. В отличие от предыдущего способа, в камере происходит отделение более крупных частиц аэрозоля. Это приводит к тому, что в пламя поступа­ют более мелкие частицы аэрозоля, что обеспечивает полное испарение ка­пель и атомизацию частиц. Однако эффективность перевода пробы в аэрозоль обычно порядка 5%. Такие пламена имеют ламинарную структуру. Для горе­лок предварительного смешения существенно, чтобы скорость смеси горючее-окислитель на выходе была выше скорости распространения пламени, чтобы избежать проскока и взрыва.

Эмиссионная спектрометрия пламени повсеместно замещена пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией. Однако некоторые недорогие системы для определения щелочных и щелочноземельных элементов все еще произ­водят. Спектрометрию пламени обычно используют как недорогой метод определе­ния щелочных и щелочноземельных элементов.

**2.1.2. Плазма.**

Плазма — это ионизированный газ, который макроскопически нейтрален, т. е. имеет одно и то же число положительных частиц (ионов) и отрицательных частиц (электронов). Некоторые свойства идеальных газов, такие, как давление и объем, применимы к плазме в отличие от других свойств, таких, как вязкость и теплопроводность, которые существенно отли­чаются от свойств идеальных газов из-за наличия заряженных частиц.

В отличие от пламени для ионизации газа и поддержания плазмы необхо­дим подвод внешней энергии в виде электрического поля. Плазма в свою оче­редь передает часть этой энергии пробе, что приводит к атомизации и возбуж­дению последней. Виды плазмы можно классифицировать в соответствии с ти­пом электрического поля, используемого для создания и поддержания плазмы:

- плазма постоянного тока (ППТ) образуется при наложении на электроды постоянного потенциала;

- индуктивно-связанная плазма (ИСП) образуется при возбуждении высо­кочастотного поля в катушке;

- микроволновая плазма (МП) образуется при наложении микроволнового поля на кювету.

Исторически первой описана и получена ППТ. Однако в настоящее время наиболее часто используют ИСП благодаря некоторым ее уникальным свой­ствам.

В случае индуктивно-связанной плазмы высокочастотный генератор (обычно работающий на часто­те 27 МГц или 40 МГц) используют для получения высокочастотного поля в индукционной катушке. Следовательно, отсутствуют электроды, дающие загрязнения. Для получения высокочастотного поля можно использовать несколько типов генераторов: обыч­но используют с вариациями в конструкции генератор с кварцевой настройкой и генератор со свободным режимом работы. Мощность составляет порядка 1-2 кВт, стабильность мощности является критическим параметром для избежания дрейфа свойств плазмы. Генератор должен проявлять достаточную гибкость, чтобы компенсировать любые вариации импеданса плазмы из-за из­менений в ее загрузке, т. е. при вводе растворов различных типов (водных или органических).

Газ, используемый для получения плазмы (плазмообразующий газ) - это аргон. Как любой благородный газ, аргон является химически инертным од­ноатомным простым веществом с высоким потенциалом ионизации (15,76эВ). Следовательно,

- аргон испускает простой спектр в отличие от пламени, где наблюдаются главным образом молекулярные спектры;

- аргоновая плазма способна возбуждать и ионизировать большинство эле­ментов периодической системы;

- между аргоном и определяемыми элементами не образуется никаких устой­чивых соединений.

Следует отметить, однако, что в плазме могут образовываться некоторые неустойчивые молекулярные возбужденные или ионизированные частицы, на­пример АгН. Они обычно диссоциируют после их дезактивации. Аргон — также самый дешевый благородный газ, так как его концентрация в воздухе составляет 1%. Единственным ограничением при использовании арго­на является плохая теплопроводность этого газа в сравнении с молекулярными газами, такими, как азот и водород.

Плазма образуется в виде факела, что обеспечивает электрическую изо­ляцию между- плазмой и катушкой, а также ограничивает и стабилизирует плазму для введения пробы. Благодаря природе высокочастотного поля и результирующе­му скин-эффекту энергия высокочастотного генератора выделяется в основном во внешней части плазмы. Следовательно, существует зона вдоль оси плазмы, в которой вязкость ниже. Это приводит к образованию центрального канала, который облегчает ввод пробы. В современной аппаратуре для получения факела ис­пользуют три концентрические трубки: внешнюю —для ограничения и изо­ляции плазмы; среднюю —для ускорения плазмообразующего газа, который вводят между внешней и средней трубками; инжекторную —для ввода пробы (рис.2.5). Внешнюю трубку изготавливают из кварца, поскольку он термо­стоек и хорошо пропускает излучение. Наблюдение плазмы можно осуществ­лять перпендикулярно оси плазмы (боковой обзор) или вдоль оси (осевой обзор).

Плазмообразующий (внешний) газ вводят между внешней и средней трубками, до­полнительный (вспомогательный) газ вводят между средней и инжекторной трубками, газ-носитель вводят через инжекторную трубку.

Общий расход аргона составляет 10-15 л/мин. Растворы вводят в плазму в виде аэрозоля, который получают с помощью пневматического распылителя. Так как средний диаметр капель (20 мкм) слишком велик, чтобы обес­печить полное испарение в плазме, дополнительно используют распылитель­ную камеру (двойного прохода или циклонного типа) для удерживания боль­ших капель. Плазмы достигают только частицы величиной порядка несколь­ких микрометров. Общая эффективность ввода пробы составляет несколько процентов.

Обычно используют три типа распылителей: концентрический распылитель, угловой распылитель и распылитель V-типа. Последний сконструиро­ван с целью уменьшить возможность засорения частицами взвеси в растворе. Расход жидкости составляет обычно 1-2 мл/мин. Почти в любом приборе для питания распылителя используют перистальтический насос, чтобы обеспечить постоянную скорость подачи независимо от вязкости жидкости. Хотя стандартным способом ввода пробы является распыление жидких растворов, Индуктивно-связанная плазма может быть также использована для анализа твердых проб. Пробы обычно вводят в индуктивно-связанную плазму в виде жидких аэрозолей, получаемых пневматическим распылением растворов.

Твердые пробы могут быть в виде тонких суспензий в жидкости (взвесей). Их вводят в плазму, используя, например, распылитель V-типа. Альтернати­вой служит получение мелких частиц с помощью абляции твердых проб с ис­пользованием искры (для проводящих проб) или лазера (для проб любого ти­па). Потоком аргона частицы переносят в плазму. Пробу можно также поместить в графитовый тигель, который вводят и нижнюю часть плазмы. Затем осуществляют введение пробы с помощью испарения (внесение твердой пробы).

**2.2 Источники излучения для прямого анализа**

**2.2.1. Дуга.**

Дуга — это устойчивый электрический разряд с высокой плотностью тока и низким напряжением горения между двумя или более электродами. Напряжение на электродном промежутке составляет до 50 В, тогда как сила тока— 2-30 А (дуга средней силы тока). Разряд можно иницииро­вать разделением двух электродов, сначала находящихся в контакте. Альтер­нативой является использование поджига с помощью внешней высоковольт­ной искры. Форма плазмы, образуемой этим разрядом, зависит от величины электродного промежутка (до 20мм), от мощности, а также формы и соста­ва пробы. Среди возможных конфигураций наиболее широко используют дугу свободного горения. В этой конфигурации дуга образуется как из паров про­бы, так и из окружающего газа и свободно горит в пространстве. Это отличает ее от дуги, стабилизированной газом, когда газовый поток, протекающий во­круг дуги, стабилизирует ее. Свободное горение дуги приводит к блужданию разряда и, следовательно, к высоким флуктуациям сигнала. Вот почему ду­гу этого типа используют главным образом для качественного анализа. Для поддержания дуги можно использовать как постоянное, так и переменное на­пряжение. Блуждание дуги может быть уменьшено наложением переменно­го напряжения на электроды. Дуга, таким образом, постоянно прерывается и формируется вновь.

Наиболее часто используемым материалом для электродов является гра­фит. Графит обладает рядом интересных свойств: нет загрязнений другими элементами, кроме углерода, он имеет прекрасную электропроводность и термическую устойчивость, и его стоимость невысока. Один из электродов исполь­зуют для подачи пробы, обычно имеющей вид порошка, в разряд. Разряд создают между поверхностью пробы и другим электродом (противоэлектродом). Это приводит к расходу пробы и образованию углубления. Может происходить селективное и неравномерное испарение. Проба может быть также помещена в коническом отверстии одного из графитовых электродов. Такую конфигурацию используют для определения легколетучих элементов в при­сутствии устойчивой основы. Металл в процессе разряда плавится и образует

**2.2.2. Искра.**

Искра представляет собой перемежающийся, пульсирующий электрический разряд высокого напряжения и относительно низкой средней силы тока меж­ду по крайней мере двумя электродами. Один электрод состо­ит из анализируемой пробы, тогда как другой обычно сделан из вольфрама (рис. 2.7). Искра отличается от дуги переменного тока. Длительность искры составляет обычно величину порядка нескольких микросекунд. Пространство между электродами, называемое аналитическим промежутком, имеет величи­ну 3-6 мм. В зависимости от устройства и характеристик искрового генерато­ра существует большое разнообразие типов искры. Типы искры могут быть классифицированы в соответствии с приложенным напряжением: искра вы­сокого напряжения (10-20кВ), искра среднего напряжения (500-1500В) и ис­кра низкого напряжения (300-500 В). Искра высокого напряжения может быть сам о поджигающейся, тогда как искра среднего и низкого напряжения имеет внешний поджиг с помощью высоковольтного импульса, синхронизованного с частотой искры. При увеличении напряжения точность улучшается в ущербпределам обнаружения. Вот почему искра низкого напряжения кажется хоро­шим компромиссом.

Частоту искры обычно синхронизовали с частотой сети питания. В настоя­щее время синхронизацию осуществляют с помощью встроенного генератора. Частота промышленно производимых искровых источников находится в диа­пазоне 100-500 Гц. В большинстве систем используется технология генератора с постоянной фазой. Возможно также управлять формой искровой волны. В частности, длительность импульса можно увеличить вплоть до 700 икс, чтобы получить разряд с характеристиками, близкими к дуговому, и тем самым улуч­шить пределы обнаружения и определение следов элементов. Однонаправлен­ный разряд используют для защиты электрода и, следовательно, для увеличе­ния его срока службы. В любом случае, высокоэнергетичную искру применяют в течение периода обыскривания для подготовки поверхности пробы и уменьшения мешающих влияний. Специальным приложением является использование вращающегося электрода для определения металлов износа (т. е. металлов, образующихся при износе двигателя) в маслах. Эта система преодо­левает сложности, связанные с анализом жидкостей в искре. На вращающийся диск наносят тонкую пленку масла, а искра возникает в аналитическом про­межутке между диском и другим высоковольтным электродом.

Для наполнения искровой установки вместо воздуха часто используют ар­гон. Аргон прозрачен для УФ-излучения и не реагирует с электродами.

Каждый импульс искры поражает новую точку пробы. Следовательно, для серии импульсов происходит усреднение, что приводит к высокой точности аналитического сигнала.

**3. Биологические методы исследований.**

Биология - наука о жизни, ее формах и закономерностям развития. Ее название возникло из сочетания двух греческих слов bios (жизнь) и logos (наука).

Термин биология в 1802 г в широкое употребление ввел Ж.Б. Ламарк.

Для живой природы характерно необычайное разнообразие форм. В настоящее время обнаружено и описано примерно 500 тыс. видов растений, более 1,5 млн видов животных, сотни тысяч видов грибов, более 3 тыс. видов разнообразных бактерий и 1 тыс. вирусов. Число еще не описанных видов оценивается в 1–2 млн. Все это многообразие организмов изучается комплексом биологических дисциплин.

Метод (греч. методос – путь к чему-либо) – это способ достижения цели. Опишем основные методы биологических исследований.

1.Метод наблюденияявляется наиболее традиционным и наиболее «древним», но не потерял своего значения до сих пор. Он предполагает целенаправленное изучение объекта или явления в естественных или искусственно созданных условиях. При этом не ставится задача выявления действия отдельного фактора, а исследователь является простым наблюдателем.

2.Эксперимент– более активная форма изучения объекта или явления. В искусственно созданных условиях изучается ответ определенного объекта на изменение какого-либо одного или нескольких внешних факторов.

3*.* Сравнительный методполучил широкое распространение еще в XVIII в. Он заключается в сопоставлении организмов и их частей. Именно принципы сравнения в свое время легли в основу систематики, клеточной теории. Применение сравнительного метода в анатомии, палеонтологии, эмбриологии и других науках способствовало утверждению эволюционных представлений в биологии.

4*.* Исторический методвыясняет закономерности появления и развития организмов, становления их структуры и функций в ходе геологической истории Земли.

5*.* Метод моделированияпредполагает изучение какого-либо процесса или явления через воспроизведение его самого или его существенных свойств в виде модели. Образную модель можно представить в виде знаковой, т.е. математической, модели. В последнем случае эксперимент сводится к определенным математическим расчетам, как правило, с использованием компьютера. Моделирование дает возможность прогнозировать последствия природных и техногенных катастроф, направления смены экологических систем, объемы выращиваемой сельскохозяйственной продукции и др.

Заключение

Для каждого человека вопрос качества и безопасности пищевых продуктов является жизненно важным.

От того, как мы питаемся, зависит наше здоровье, работоспособность, качество жизни, и здоровье, и жизнь будущих поколений. Разработана система менеджмента качества и безопасности пищевых продуктов, как комплекс организационных мероприятий, обеспечивающих качество, которые, в конечном итоге, влияют и на безопасность пищевой продукции.

Продукты питания должны удовлетворять потребности человека в необходимых веществах и энергии, а также быть безопасными. Потребитель должен быть уверен в том, что данный продукт не является вредным и не представляет опасности для здоровья нынешнего и будущих поколений.

Используемые методы анализа пищевых продуктов предполагают проведение исследования, как для определения потребительских свойств пищевой продукции, так и для обнаружения компонентов, веществ и микроэлементов, не заявленных на упаковке, содержание которых не соответствует требованиям нормативных документов. Как правило, инструментальные методы анализа пищевых продуктов направлены на обнаружение представляющих потенциальную опасность для здоровья человека элементов. В свою очередь удовлетворение потребностей населения в высококачественных продуктах питания - одна из основных социально-экономических проблем сегодняшнего дня.