

І. С. Сагайдак , І. В. Качур

ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА СЕНСОРНИЙ АНАЛІЗ



ДЕРЖАВНИЙ ПОДАТКОВИЙ УНІВЕРСИТЕТ

І. С. Сагайдак

І. В. Качур

**ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ
ДОСЛІДЖЕНЬ ТА
СЕНСОРНИЙ АНАЛІЗ**

**Ірпінь
2023**

УДК 620.2:658.56(075.8)

ББК 30.609я73

С 13

*Рекомендовано до друку Вченою радою
Державного податкового університету
(протокол № 2 від 28 грудня 2021 року)*

Рецензенти:

Шаблій Т. О., д-р тех. наук, професор, професор кафедри екології та технології рослинних полімерів Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»;

Желібо Є. П., д-р хім. наук, професор, професор кафедри митної справи та товарознавства Державного податкового університету

Сагайдак І. С.

С 13

Інструментальні методи досліджень та сенсорний аналіз : навчальний посібник / І. С. Сагайдак, І. В. Качур ; Державний податковий університет. – Ірпінь, 2023. – 194 с.
ISBN 978-966-337-686-8

У навчальному посібнику, який складається з двох розділів, представлені сучасні методи досліджень показників якості та безпеки товарів. У першому розділі «Сенсорний аналіз» представлено особливості сенсорної системи людини, методи дослідження якості товарів за допомогою органів чуття, система організації та проведення сенсорного аналізу. Другий розділ «Інструментальні методи досліджень» присвячений характеристиці інструментальних методів дослідження якості товарів, а саме: спектрометричним, електрохімічним, хроматографічним та радіологічним.

Видання повністю відповідає програмі навчальної дисципліни «Інструментальні методи досліджень та сенсорний аналіз» для підготовки здобувачів вищої освіти першого (бакалаврського) рівня галузі знань 07 «Управління та адміністрування» спеціальності 076 «Підприємництво, торгівля та біржова діяльність» освітньої програми «Товарознавство та експертиза в митній справі».

УДК 620.2:658.56(075.8)

ББК 30.609я73

© Сагайдак І. С., Качур І. В., 2023

ISBN 978-966-337-686-8

© Державний податковий університет, 2023

ЗМІСТ

ПЕРЕДМОВА	7
------------------------	----------

РОЗДІЛ І СЕНСОРНИЙ АНАЛІЗ

ТЕМА 1. КЛАСИФІКАЦІЯ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ У ТОВАРОЗНАВСТВІ.....	8
1.1. Якість як основна категорія товарознавчого аналізу.....	8
1.2. Класифікація методів дослідження у товарознавстві.....	14
1.2.1. Теоретичні методи досліджень.....	16
1.2.2. Емпіричні методи.....	19
1.2.3. Методи оцінки рівня якості	23
1.2.4. Практичні методи	23
1.3. Роль стандартизації та метрології у забезпеченні якості продукції.....	25
1.4. Взаємозв'язок показників якості, отриманих органолептичним та інструментальним методами	27
<i>Питання для самоконтролю.....</i>	<i>28</i>

ТЕМА 2. ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ ПРО СЕНСОРНИЙ АНАЛІЗ, ЙОГО РОЛЬ І МІСЦЕ В СИСТЕМІ ДОСЛІДЖЕННЯ ЯКОСТІ ТОВАРІВ.....	31
2.1. Органолептична та сенсорна оцінки якості товарів як наукові поняття	31
2.2. Психофізіологічні основи органолептики. Сенсорні системи людини та їх структура	32
2.3. Показники якості продукції (товарів), які визначаються за допомогою відчуттів людини.....	38
2.3.1. Оцінка якості товарів за допомогою органу зору	38
2.3.2. Сприйняття та визначення запахів	41
2.3.3. Смакові відчуття та їх визначення	48
2.3.4. Відчуття дотику (тактильні відчуття) у сенсорному аналізі товарів	55
2.3.5. Слухові відчуття	57
<i>Питання для самоконтролю.....</i>	<i>59</i>

ТЕМА 3. СЕНСОРНІ МЕТОДИ ОЦІНКИ ЯКОСТІ ТОВАРІВ.....	62
3.1. Класифікація методів сенсорного аналізу	62
3.2. Аналітичні методи сенсорного аналізу	62
3.2.1. Розрізнявальні методи (методи розходження) сенсорної оцінки	63
3.2.2. Методи шкал і категорій	71
3.2.3. Описові методи	77
3.3. Споживчі методи сенсорного аналізу	84
3.4. Вибір методу залежно від поставленої мети і завдань.....	89
3.5. Експертні методи сенсорного аналізу	89
<i>Питання для самоконтролю.....</i>	<i>90</i>

ТЕМА 4. СИСТЕМА ОРГАНІЗАЦІЇ ТА ПРОВЕДЕННЯ СЕНСОРНОГО АНАЛІЗУ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ	93
4.1. Відбір і підготовка дегустаторів.....	93
4.2. Умови проведення дегустації. Організація роботи дегустаційної комісії.....	98
4.3. Вимоги до підготовки проб (кодування) харчових продуктів і порядок їх подачі на дегустацію	106
<i>Питання для самоконтролю.....</i>	<i>108</i>

РОЗДІЛ II

ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТОВАРІВ

ТЕМА 5. РОЛЬ, МІСЦЕ ТА ЗНАЧЕННЯ ІНСТРУМЕНТАЛЬНИХ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕНЬ ТОВАРІВ ПІД ЧАС ОЦІНКИ ЇХ ЯКОСТІ	111
5.1. Особливості інструментальних методів досліджень	111
5.2. Класифікація інструментальних методів дослідження	112
5.3. Етапи виконання аналізу	114
<i>Питання для самоконтролю.....</i>	<i>116</i>

ТЕМА 6. СПЕКТРАЛЬНІ (ОПТИЧНІ)	
МЕТОДИ АНАЛІЗУ	118
6.1. Загальні принципи оптичної спектроскопії.....	118
6.2. Молекулярно-абсорбційні методи аналізу	123
6.3. Атомно-абсорбційний спектральний аналіз.....	133
6.4. Емісійний спектральний аналіз	135
6.4.1. Емісійна фотометрія полум'я	138
6.4.2. Полум'яно-фотометричний аналіз	138
<i>Питання для самоконтролю</i>	140
ТЕМА 7. ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	143
7.1. Загальна характеристика методів електрохімічного аналізу	143
7.2. Класифікація електрохімічних методів	146
7.2.1. Потенціометрія.....	148
7.2.2. Кондуктометричний метод аналізу.....	151
7.2.3. Кулонометричний метод аналізу.....	157
7.2.4. Вольтамперметричний метод аналізу	158
<i>Питання для самоконтролю</i>	162
ТЕМА 8. ХРОМАТОГРАФІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	165
8.1. Загальна характеристика та класифікація хроматографічних методів аналізу.....	165
8.2. Газова хроматографія	168
8.2. Рідинна хроматографія	171
8.3. Високоєфективна рідинна хроматографія	171
8.4. Тонкошарова хроматографія.....	172
8.5. Іонообмінна хроматографія	173
8.6. Паперова хроматографія	175
8.7. Хроматограма та її характеристики	175
<i>Питання для самоконтролю</i>	178

ТЕМА 9. РАДІОМЕТРИЧНІ ТА РАДІОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	180
9.1. Іонізаційні, сцинтиляційні, фотографічні методи реєстрації випромінювання.....	180
9.2. Фізичні та хімічні методи реєстрації радіоактивного випромінювання, їх загальна характеристика	183
9.3. Радіонукліди в хімічному аналізі	185
<i>Питання для самоконтролю</i>	189
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	191

ПЕРЕДМОВА

Одне з основних завдань, яке найчастіше вирішують товарознавці у своїй практичній діяльності, – контроль якості продукції, що надходить для реалізації споживачам. Виявити фальсифіковані товари, запобігти розповсюдженню на ринку небезпечних товарів дозволяють методи досліджень, серед яких широкий спектр органолептичних та інструментальних.

Сенсорний аналіз виявляє відмінності органолептичних властивостей товарів, описує їх якісно та кількісно, спрямований на виявлення дефектів товарів та встановлення відповідності продукції стандартам. За допомогою інструментальних методів можна з високою точністю визначити хімічний склад і фізичні показники товарів, хоча цього недостатньо для повної оцінки їх якості. Про це свідчить той факт, що хімічний склад високоякісних і посередніх харчових продуктів може бути близьким, а органолептичні показники цих продуктів будуть істотно відрізнятися; досить складно кількісно визначити речовини, які формують аромат продуктів; не можна оцінити такі показники (споживчі показники), як зовнішній вигляд, смак, запах, колір тощо. Тому всебічний контроль якості продукції здебільшого базується на поєднанні інструментального і сенсорного аналізу.

Структурно навчальний посібник складається з двох розділів, які і відображають назву та розкривають зміст навчальної дисципліни. У першому розділі «Сенсорний аналіз» подано особливості сенсорної системи людини, методи дослідження якості товарів за допомогою органів чуття, система організації та проведення сенсорного аналізу. Другий розділ «Інструментальні методи дослідження» присвячений характеристиці інструментальних методів дослідження якості товарів, а саме: спектрометричним, електрохімічним, хроматографічним та радіологічним.

Навчальний посібник повністю відповідає програмі навчальної дисципліни «Інструментальні методи досліджень та сенсорний аналіз» для підготовки здобувачів вищої освіти першого (бакалаврського) рівня галузі знань 07 Управління та адміністрування спеціальності 076 Підприємництво, торгівля та біржова діяльність освітньої програми «Товарознавство та експертиза в митній справі».

РОЗДІЛ І

СЕНСОРНИЙ АНАЛІЗ

Тема 1. Класифікація методів дослідження у товарознавстві

1.1. Якість як основна категорія товарознавчого аналізу

Мета товарознавчого аналізу полягає у:

- вивченні основоположних характеристик товару, що становлять його споживчу вартість, а також їх змін на всіх етапах товароруху;
- визначенні відповідності споживчих властивостей товару до комплексу вимог і показників, які в сукупності визначають його якість;
- виявленні відповідності товару до певних показників нормативної документації.

Основною функцією товарознавчого аналізу товарів є забезпечення захисту прав споживачів на отримання своєчасної та якісної продукції відповідно до її призначення та вимог, установлених законодавством.

Принципами товарознавчого аналізу є безпека, ефективність, компетентність, сумісність, взаємозамінність і систематизація. Для об'єктивного оцінювання якості вітчизняних та імпортованих товарів необхідно проводити оцінку їх якості, походження, конкурентоспроможності тощо.

Основні правила дослідження якості товарів:

- кожне дослідження якості товару повинно проводитися з урахуванням його економічної доцільності;
- насамперед необхідно враховувати вимоги споживача до товару;
- дослідження якості товарів повинно проводитися на основі сучасних досягнень науки і техніки;
- дослідження якості товарів необхідно робити на всьому шляху товаропросування.

Проблема забезпечення якості продукції вимагає відповіді на питання: що таке якість, як її оцінити, як порівняти якість аналогічного виробу.

Відповідно до ДСТУ 2925-94 **якість товару** – це сукупність характеристик товару, що стосуються його здатності задовольняти встановлені й передбачені потреби.

Якість товару залежить від потреб суспільства. Якщо потреба на певний вид товару зникла, то якість цього товару дорівнює нулю.

Якість залежить від фізичних, хімічних і біологічних властивостей товару, а також від відповідності товару функціональним, естетичним, ергономічним та іншим вимогам.

На практиці під якістю товару розуміють лише відповідність товару вимогам нормативно-технічної документації.

Формування якості товару – це встановлення, підтримування суспільно необхідного рівня якості товару на всіх етапах виробництва і надходження до споживача.

Споживання товару – використання товару споживачем за призначенням для задоволення певної потреби.

Експлуатація товару – використання споживачем непродовольчих товарів за призначенням згідно з правилами експлуатації.

Властивість товару – об'єктивна особливість товару, яка проявляється у сфері товарного обігу, споживання або експлуатації.

Споживна властивість товару – властивість товару, яка обумовлює його корисність і здатність задовольняти потреби споживачів і проявляється у процесі споживання. Властивість товару залежить від властивостей сировини, матеріалів, що використовуються для виробництва товару та формуються у процесі технологічної переробки.

Властивості товарів поділяються на: прості (вологість, в'язкість та ін.) та складні (зовнішній вигляд, колір тощо).

Властивості і якість продукції (товару) у цілому можуть бути виражені кількісним показником.

Показники якості продукції (товару) – це кількісна характеристика однієї чи декількох властивостей продукції (товару), що характеризують її якість, яка визначається відповідно до визначених умов життєвого циклу товару.

До показників якості продукції (товару) належать одиничні, комплексні, базові та визначальні показники.

Одиничний показник якості – це показник, що характеризує одну з властивостей (наприклад, вміст вологи (%), кислотність).

Комплексний показник якості – це показник, що характеризує декілька властивостей (наприклад, товарний сорт сиру); цей показник характеризує декілька простих властивостей або одне складне (наприклад, стан м'якушки хліба – комплексний показник, що характеризується через ряд одиничних показників: колір, пористість, еластичність тощо).

Розподіл показників якості продукції на одиничні і комплексні є умовним через умовності розподілу властивостей продукції на прості й складні.

Базовий показник – показник, прийнятий за основу під час порівняльної характеристики показників якості; прикладом базового показника може бути колір еталона, що відповідає кольору борошна певного сорту.

Визначальний показник – показник, що має вирішальне значення в оцінці якості продукції (товару); до таких відносять органолептичні показники (зовнішній вигляд, колір усіх споживчих товарів); фізико-хімічні показники (масова частка жиру у жиромістких продуктах: коров'ячому молоці, майонезі, маргарині тощо; етилового спирту в алкогольних напоях).

Визначальний показник якості продукції (товару) – це показник, за яким вирішують оцінювати якість. Якщо визначальний показник якості є комплексним, то його називають **узагальненим**. Узагальненим показником необхідно користуватися обережно, не допускаючи перекриття одними одиничними показниками істотних недоліків продукції (товару). Наприклад, ухвалене рішення оцінювати якість тортів за сукупністю властивостей, показники якостей яких виражаються в балах (табл. 1.1).

Таблиця 1.1 – Таблиця для розрахунку узагальненого показника якості тортів

Показник	Коефіцієнт вагомості	Оцінки (показники якості) (бали)
Смак і аромат	4	2,5
Структура й консистенція	3	1,5
Колір і зовнішній вигляд	2	1,6
Форма	1	1,0

Узагальнений показник якості знаходять як суму добутків коефіцієнта вагомості і показника якості: $4 \cdot 2,5 + 3 \cdot 1,5 + 2 \cdot 1,6 + 1 \cdot 1,0 = 18,7$. Якщо хоча б один одиничний показник якості продукції дорівнює 0, то узагальнений показник теж дорівнює 0, тобто якість продукції незадовільна.

Інтегральний показник якості визначають як відношення сумарного корисного ефекту від експлуатації чи споживання продукції до сумарних витрат на її створення, експлуатацію або споживання.

Показники якості продукції (товарів), залежно від характеру вирішуваних завдань під час оцінки їх рівня якості, класифікують за різними ознаками (рис. 1.1).



Рисунок 1.1 – Класифікація показників якості продукції залежно від характеру вирішуваних завдань

На якість продукції (товару) впливають технічні, організаційні й економічні фактори (рис. 1.2).



Рисунок 1.2 – Фактори, що визначають якість продукції (товару)

Вивчення ринку збуту товарів показує, що підвищення якості товарів на 10 % зумовлює підвищення ціни на 40–50 %, а погіршення якості товарів – зниження на 20–25 %.

Якщо якість виробів на 50 % нижча за світовий рівень, то реалізація цього товару практично не є можливою.

Якість харчових продуктів відносна, тому що, залежно від призначення, одні й ті самі вироби можуть мати різну якість. Наприклад, пшеничне борошно з низьким вмістом клейковини є більш придатним для вироблення печива й менш – для виробництва хліба. Визначення якості товарів і здатність його вираження є однією з найважливіших проблем у сучасному товарознавстві.

Підвищення якості товару – це покращення якості товару, яке дає змогу всебічно повним обсягом задовольнити відповідну потребу.

Вивчення якості товару – це дослідження закономірностей виявлення споживних властивостей товару відповідно до його призначення у певних умовах обігу, споживання або експлуатації.

Випробовування товару – це експериментальне визначення кількісних або описових характеристик товару за заданою програмою відповідно до чинних нормативних документів.

Експертиза споживних властивостей товару – це аналіз й оцінювання споживних властивостей товару з використанням експертних методів на основі результатів випробування.

Контроль якості товару – це діяльність, яка включає проведення вимірів, експертизи, випробування або оцінювання однієї чи декількох характеристик товару та порівняння отриманих результатів зі встановленими вимогами для визначення, чи досягнуто відповідності за кожною із цих характеристик.

Категорія якості продукції – градація якості продукту, що встановлювалася під час державної атестації.

Гатунок продукції – градація продукції за одним або кількома показниками якості, встановленими нормативною документацією.

Дефект товару – це кожна окрема невідповідність показника якості товару вимогам нормативних документів, умовам договорів, а також невідповідність товару тій інформації, яку про нього надав виробник (виконавець, продавець).

Явний дефект – дефект, для виявлення якого в нормативних документах, обов'язкових для такого виду контролю, передбачені відповідні правила, методи і засоби.

Прихований дефект – дефект, для виявлення якого в нормативних документах, обов'язкових для такого виду контролю, не передбачені відповідні правила, методи і засоби.

Критичний дефект – дефект, за наявності якого використання товару за призначенням практично неможливе або неприпустиме.

Усувний дефект – дефект, усунення якого технічно можливе та економічно доцільне.

Неусувний дефект (технічно непереборний дефект) – дефект, усунення якого або технічно неможливе, або економічно недоцільне.

Брак – продукція, передача якої споживачеві не допускається через наявність дефектів (брак виправний – брак, усі дефекти в якому є переборними; брак невиправний – брак, у якому хоча б один з дефектів є непереборним).

1.2. Класифікація методів дослідження у товарознавстві

Метод (від грец. *methodos*) – спосіб пізнання, дослідження явищ природи або суспільного життя, а також спосіб або прийом дії, що забезпечує досягнення поставленої мети.

Методи, які використовуються в товарознавстві, поділяються на три групи: теоретичні, емпіричні і практичні (рис. 1.3, 1.4).

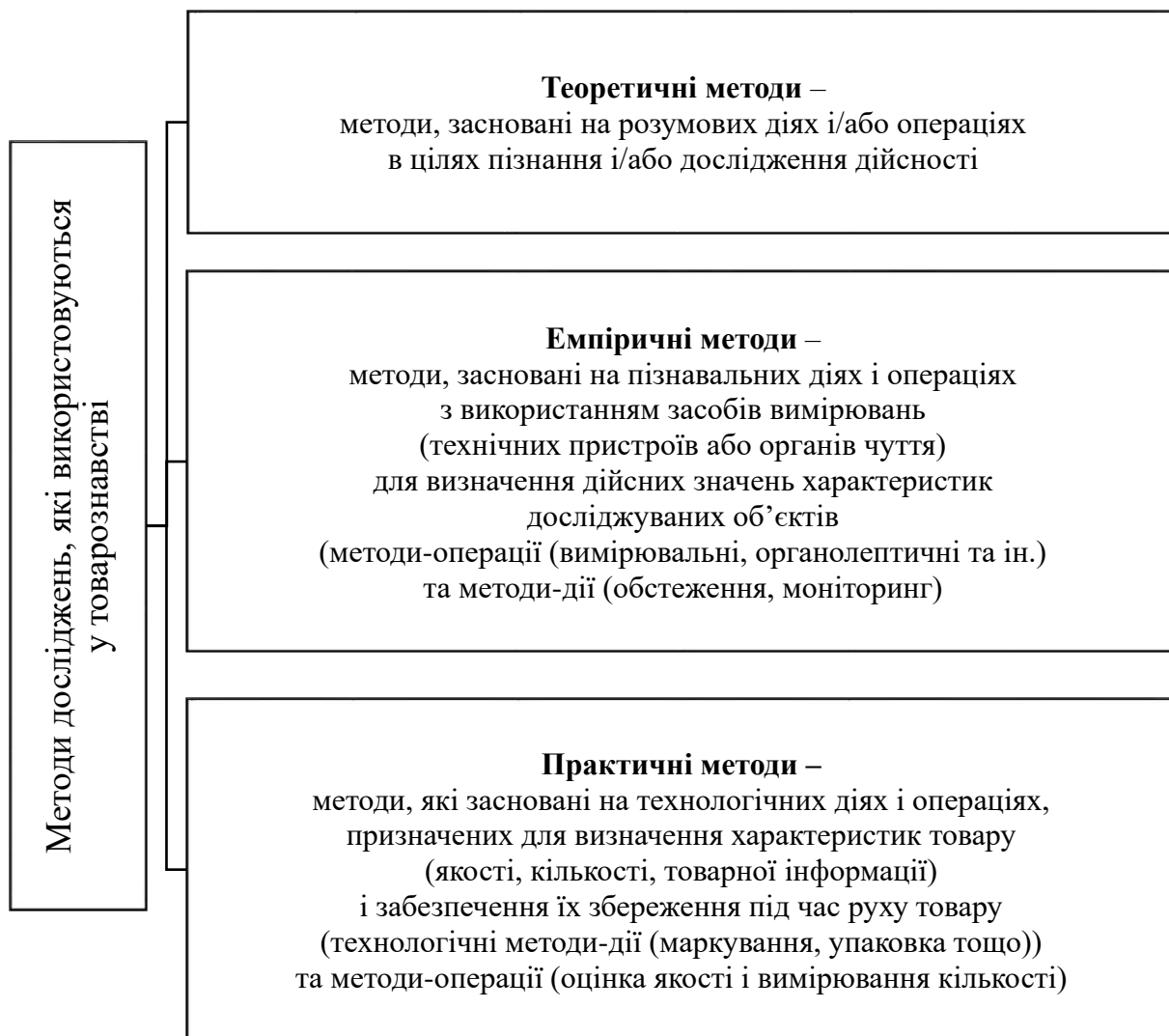


Рисунок 1.3 – Класифікація методів досліджень, які використовуються у товарознавстві

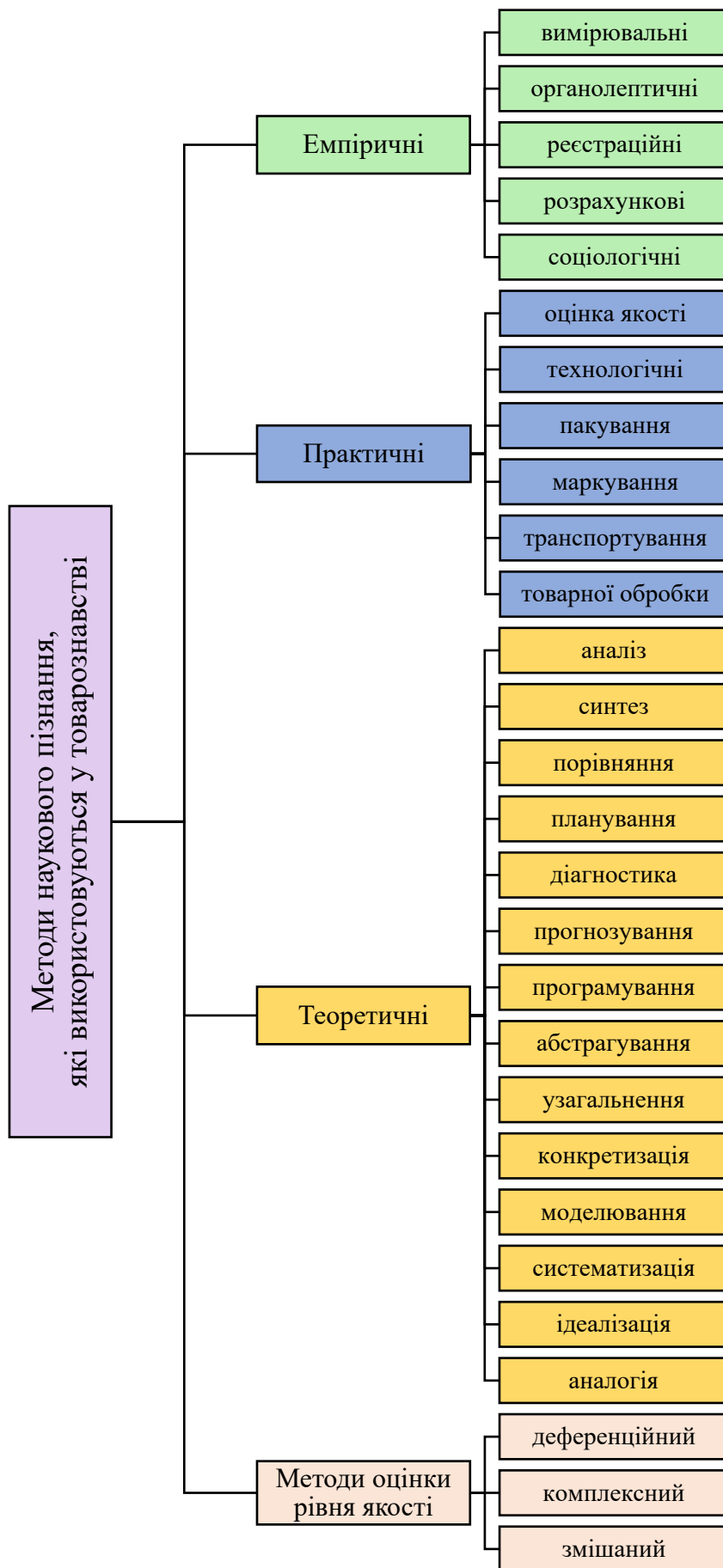


Рисунок 1.4 – Методи наукового пізнання, які використовуються у товарознавстві

1.2.1. Теоретичні методи досліджень

Аналіз – поділ досліджуваного об'єкта (товару, технологічного процесу тощо) на складові елементи, виділення окремих його ознак, властивостей і операцій. Цей метод зазвичай використовується на першому етапі наукових досліджень для визначення властивостей, складу, структури, будови товару, операцій і прийомів різних процесів. У товарознавстві – це один з найпоширеніших методів пізнання товару як об'єкта, що володіє сукупністю фізичних, хімічних, фізико-хімічних та анатомічно-морфологічних властивостей.

Синтез – об'єднання складових елементів об'єкта в єдине ціле (систему). При цьому між окремими елементами виникають логічні причинно-наслідкові зв'язки, що обумовлюють цілісність об'єкта. Товарознавча характеристика будь-якого товару також є результатом синтезу різних його властивостей.

Порівняння – метод-операція, заснований на зіставленні об'єктів для виявлення спільності і відмінності між ними. Під час використання цього методу важливе значення мають ознаки порівняння, які і визначають можливі відносини між об'єктами.

Планування – метод, заснований на розробці довгострокових і короткострокових планів або проєктів. Цей метод використовується під час управління асортиментом і якістю товарів, їх закупівлях і розміщенні на зберігання, встановленні періодичності реалізації окремих товарних партій.

Діагностика – метод-операція, що базується на описі основних ознак, показників досліджуваного об'єкта і виявленні певних відповідностей (тотожності) або невідповідностей та причин їх виникнення. Цей метод встановлений в основу таких найважливіших і поширених видів товарознавчої діяльності, як встановлення градацій якості (наприклад, гатунку товару), дефектів, а також ідентифікація.

Результати діагностики, аналізу і синтезу можуть бути використані для прогнозування.

Прогнозування – метод, заснований на дослідженні перспектив зміни певних процесів. За допомогою цього методу в товарознавстві здійснюється прогнозування якості і змін її під час зберігання залежно від певних умов і строків, а також раціонального асортименту.

Програмування – метод, заснований на визначенні послідовності дій із забезпечення належних товарознавчих характеристик товарів або раціонального руху товару. Метод застосовується у процесі розробки програм якості товарів і програм виробничого контролю, а також під час визначення асортиментної політики і політики в області щодо якості.

Абстрагування – метод, заснований на уявному виділенні і перетворенні в самостійний об'єкт розгляду окремих характеристик товарів і/або чинників, що впливають на них. Особливістю цього методу є те, що виділена характеристика самостійно не існує в її фізичному прояві. Наприклад, визначення понять і умовних позначень засновано на методі абстрагування. У професійній діяльності можливе неправильне тлумачення об'єктів (товарів, процесів, послуг) різними суб'єктами. Відсутність визначень термінів «квас» і «квасні напої», «вершкове масло» і «спред» призвело б, до асортиментної фальсифікації, коли більш дешеві товари з меншою корисністю (квасні напої, спреди) видаються за більш дорогі і корисні (квас, вершкове масло).

Умовні позначення (символи, порядкові номери стандартів, інформаційні знаки на маркуванні та ін.) застосовуються під час кодування товарів у класифікаторах, у вигляді штрих-кодів, при реєстрації нормативних документів, маркуванні товарів і виконують ідентифікуючу функцію. Тому досить часто абстрагування виступає як не тільки самостійний метод, але і прийом для методів класифікації, узагальнення і конкретизації.

Узагальнення – метод, заснований на виділенні і фіксації щодо стійких, інваріантних властивостей об'єктів і їх відносин. В результаті узагальнення вибираються найтиповіші, властиві всім або багатьом яким об'єктам властивості або процеси, не дивлячись на приватні або випадкові виключення.

Конкретизація – метод, заснований на представленні об'єкта в конкретній, наочній формі. Як і абстрагування, конкретизація є результатом розумової діяльності людини.

У процесі пізнання обидва методи можуть застосовуватися спільно, але в різній послідовності – від конкретного до абстрактного і від абстрактного до нового конкретного.

Моделювання – метод, заснований на побудові моделей і перенесенні інформації за аналогією від моделі до прототипу. Цей метод є сукупністю декількох методичних прийомів: вибір або перетворення моделі, побудова моделі або перенесення інформації за аналогією від моделі до реального об'єкта, що є його прототипом.

Систематизація – метод, заснований на побудові єдиної системи характеристик об'єктів і пов'язаних з ними процесів. За допомогою цього методу забезпечується впорядкування і формування раціонального торгового асортименту, необхідного і достатнього для досягнення певної мети організації, а також вибір показників за оцінки якості та умов зберігання для мінімізації втрат. Цей метод встановлений в основу таких широко вживаних у товарознавстві методів, як класифікація і кодування.

Ідеалізація – метод, заснований на уявному конструюванні понять про об'єкти, не існуючі або недосяжні насправді, але до яких необхідно прагнути їх прообразам у реальному світі. У товарознавстві метод ідеалізації застосовується як один із прийомів оцінки якості, коли у стандартах встановлюються вимоги (норми), яким повинен відповідати конкретний товар за всіма показниками.

Аналогія розглядається як метод-операція перенесення знань від одного об'єкта (моделі) на його прототип або оригінал – менш вивчений або менш доступний об'єкт.

За характером моделей прийнято виділяти два різновиди цього методу – наочне (предметне) і знакове (інформаційне) моделювання.

1.2.2. Емпіричні методи

Емпіричні методи (експериментальні) – це методи пізнання, засновані на досліді або спостереженнях. Ці методи знаходять широке вживання в товарознавстві. Завдяки ним постали можливими дослідження хімічної, фізичної і біологічної природи товарів. Залежно від технічних засобів вимірювання і наукових принципів, що використовуються, експериментальні методи підрозділяються на: *вимірювальні* (фізичні, фізико-хімічні, хімічні, біологічні); *органолептичні*; *реєстраційні*, *розрахункові*, *соціологічні* і *змішані*.

Вимірювальні методи (інструментальні) – методи визначення значень показників якості продукції, які здійснюється на основі технічних засобів вимірювань.

Сутність інструментального (лабораторного) методу полягає у визначенні показників якості товарів за допомогою засобів вимірювальної техніки та реактивів. Інструментальні методи якості товарів широко застосовуються для встановлення фізичних і хімічних властивостей, хімічного складу, доброякісності, засвоєності, а також таких показників, як щільність, температура плавлення, міцність на розрив, стирання та ін. У зв'язку із цим застосування вимірювальних методів під час товарної експертизи обмежено і рекомендується лише в тих випадках, коли без даних, отримуваних за допомогою цих методів, неможливо зробити об'єктивні і достовірні висновки.

До переваг методу належать: можливість точного кількісного визначення хімічного складу товарів; можливість кількісного визначення фізичних показників; відтворюваність результатів визначення.

До недоліків методу належать: досить значні витрати на проведення (устаткування, реактиви, підготовка кадрів), тривалість визначення більшості показників до кількох годин, обмежені можливості використання (особливо в роздрібній торгівлі).

Інструментальні методи підрозділяються на підгрупи, види і різновиди за рядом ознак (рис. 1.5).

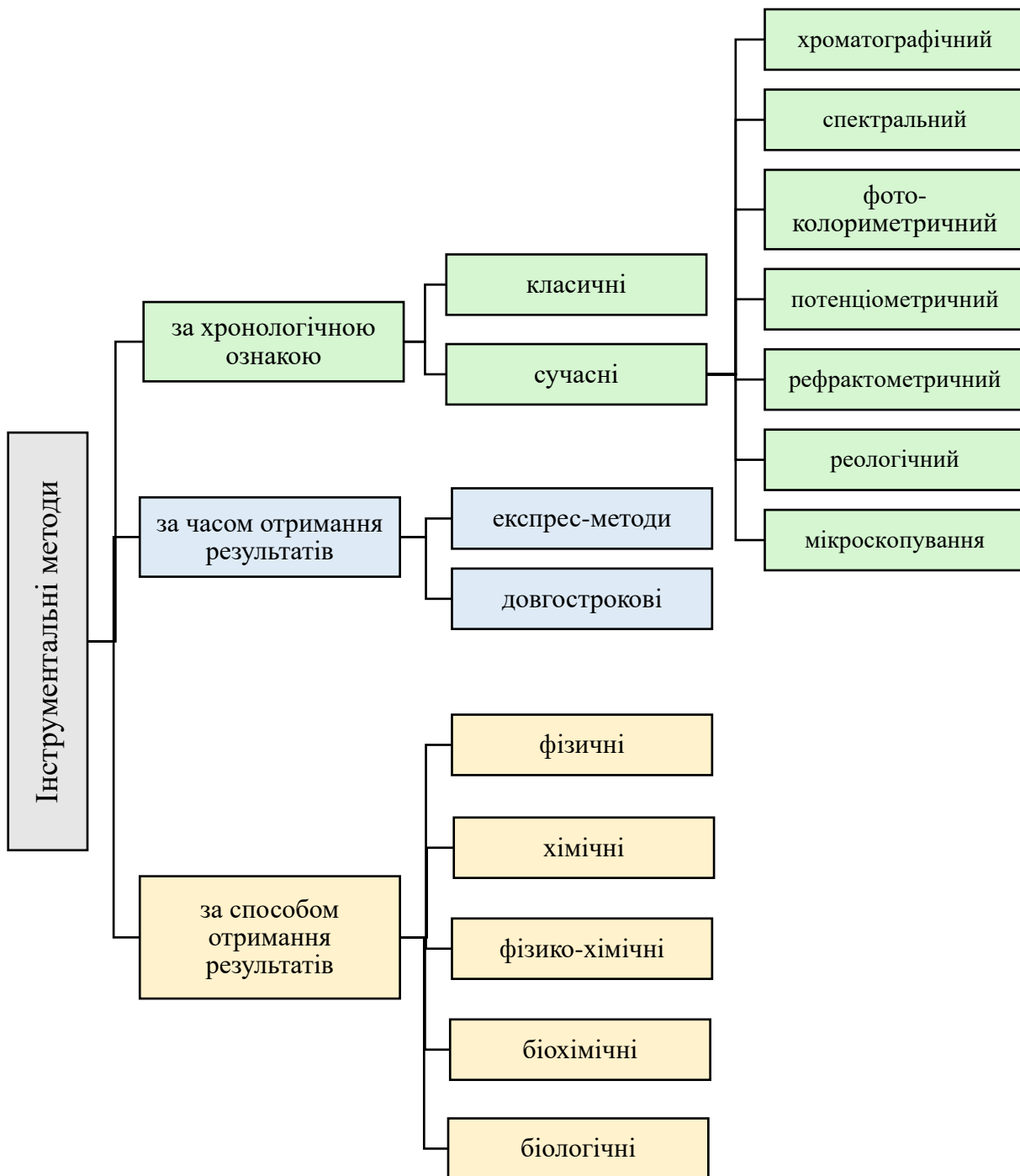


Рисунок 1.5 – Класифікація інструментальних методів

Класифікацію інструментальних методів залежно від способів одержання результатів подано в табл. 1.2.

Таблиця 1.2 – Класифікація інструментальних методів залежно від способів одержання результатів

Група методів	Характеристика
Фізичні	дозволяють за допомогою спеціальних приладів визначати показники якості, що характеризують фізичні властивості продукції (наприклад, визначення густини за допомогою ареометрів)
Хімічні	ґрунтуються на здатності досліджуваної речовини вступати у хімічні реакції з реактивами; такими методами визначаються хімічний склад і хімічні властивості компонентів харчових продуктів (наприклад, аргентометричний метод визначення кухонної солі базується на реакції заміщення, що відбувається між азотнокислим сріблом і хлоридом натрію)
Фізико-хімічні	дають можливість визначити хімічний склад продукту за допомогою фізичних приладів, зокрема використовуються хроматографія, фотометрія, кондуктометрія
Біологічні	<i>мікробіологічні</i> : дозволяють визначити загальну кількість мікроорганізмів у продуктах та їхній видовий склад (наприклад, ступінь забрудненості харчових продуктів мікроорганізмами, які здатні викликати отруєння і захворювання людей)
	<i>фізіологічні</i> : допомагають виявити ступінь засвоєння їжі, її окремих речовин, реальну енергетичну цінність продуктів; використовуються під час визначення впливу окремих компонентів товарів на організм людини; у процесі клінічних досліджень нових видів товарів
Біохімічні	дають змогу встановити активність і характер біохімічних процесів, які можуть проходити у процесі вироблення, зберігання або використання продовольчих товарів

Органолептичний метод – це метод визначення показників якості товару на основі аналізу сприйняття органів чуттів людини.

Під органолептичною оцінкою якості товарів розуміють загальні прийоми оцінки, за якої інформація про якість продуктів сприймається за допомогою органів чуттів людини.

До переваг методу належать: швидкість визначення показників якості; малі економічні витрати на його проведення (порівняно з інструментальними); доступність. Але необхідно зазначити і

щодо недоліків цього методу: суб'єктивність оцінки; неможливість одержати точні кількісні характеристики хімічного складу товару та його фізичні характеристики; низька відтворюваність результатів визначення.

Реєстраційний метод – метод, який базується на використанні інформації, отриманої на основі спостережень, реєстрації і підрахунків кількості подій, предметів або витрат, наприклад реєстрація кількості відмов виробу під час випробувань; витрати на створення та експлуатацію виробу. Цей метод застосовується для визначення маси, продуктивності, міцності, підрахунку кількостей дефектних виробів у партії, а також показників довговічності, безвідмовності, уніфікації, стандартизації, економічності тощо.

Різновидом реєстраційного методу є *моніторинг* – метод, заснований на постійному нагляді за будь-яким процесом з метою виявлення його відповідності бажаному результату або первинній пропозиції. Досить часто моніторинг проводиться за якістю і безпекою харчових продуктів з метою визначення захворювань, пов'язаних з нераціональним харчуванням, а також для виявлення фальсифікованої та контрафактної продукції.

Розрахунковий метод ґрунтується на використанні інформації, яку отримують за допомогою теоретичних або емпіричних залежностей. Цим методом здебільшого користуються під час проектування продукції, коли остання ще не може бути об'єктом експериментальних досліджень або випробувань (користуються для визначення показників продуктивності, довговічності, ремонтпридатності виробу).

Соціологічний метод визначення якості – це метод визначення якості товару на підставі збирання та аналізу думок його фактичних або потенційних споживачів.

У ряді випадків для більш повного визначення якості використовують органолептичні та інструментальні методи, тобто *змішаний метод* (наприклад, під час оцінки якості жирів визначають такі показники, як смак і запах органолептичним методом, а температуру плавлення і кислотність жиру – інструментальним).

1.2.3. Методи оцінки рівня якості

Рівень якості товару – це відносна характеристика, заснована на порівнянні значення показників якості оцінюваної продукції з базовими значеннями відповідних показників.

Рівень якості товарів оцінюють диференційним, комплексним або змішаним методом.

Диференційний метод полягає в порівнюванні одиничних показників якості продукції, що оцінюється з базовим. Про рівень якості судять за розміром одиничних відносних показників. Відносні показники якості (Q_i) визначають за формулою:

$$Q_i = P_i / P_{ib}, \quad (1.1)$$

де P_i – значення показника продукції, що оцінюється; P_{ib} – значення показника еталона; i – число показників.

Комплексний метод характеризує декілька властивостей. Комплексний показник (K) визначають за формулою:

$$K = m_1P_1 + m_2P_2 + \dots + m_nP_n, \quad (1.2)$$

де m_1, m_2, \dots, m_n – коефіцієнти вагомості показників якості; P_1, P_2, \dots, P_n – відносні показники якості.

Змішаний метод оцінювання рівня якості включає диференційний та комплексний методи. Змішаний метод використовують під час атестації продукції.

1.2.4. Практичні методи

Ці методи використовуються або враховуються товарознавцями у професійній діяльності для забезпечення раціонального руху товару. До практичних методів відносять: методи оцінки якості, зберігання, транспортування, товарної обробки тощо (табл. 1.3).

Таблиця 1.3 – Практичні методи дослідження, які використовуються в товарознавстві

Метод	Призначення методу
Методи оцінки якості	призначені для вимірювання значень показників якості і встановлення їх відповідності певним вимогам
Технологічні методи	призначені для забезпечення зберігання товарів, раціонального руху товару
Методи пакування	призначені для забезпечення зберігання товарів за допомогою упаковки
Методи маркування	призначені для інформаційного забезпечення товарів та їх ідентифікації
Методи транспортування	призначені для переміщення товарів і забезпечення їх збереження в дорозі; поділяються залежно від виду транспортних засобів і способу розміщення в них товарів
Методи зберігання	призначені для зберігання товарів на складах виробничих підприємств оптової і роздрібною торгівлі
Методи товарної обробки	призначені для підготовки товарів до продажу з метою поліпшення їх якості і зберігання (методи сортування, калібрування, фасування товарів та ін.)

Залежно від способу отримання інформації методи поділяють на методи з використанням об'єктивних способів вимірювання (*об'єктивні*) та евристичних способів оцінки (*суб'єктивні*) (рис. 1.6).

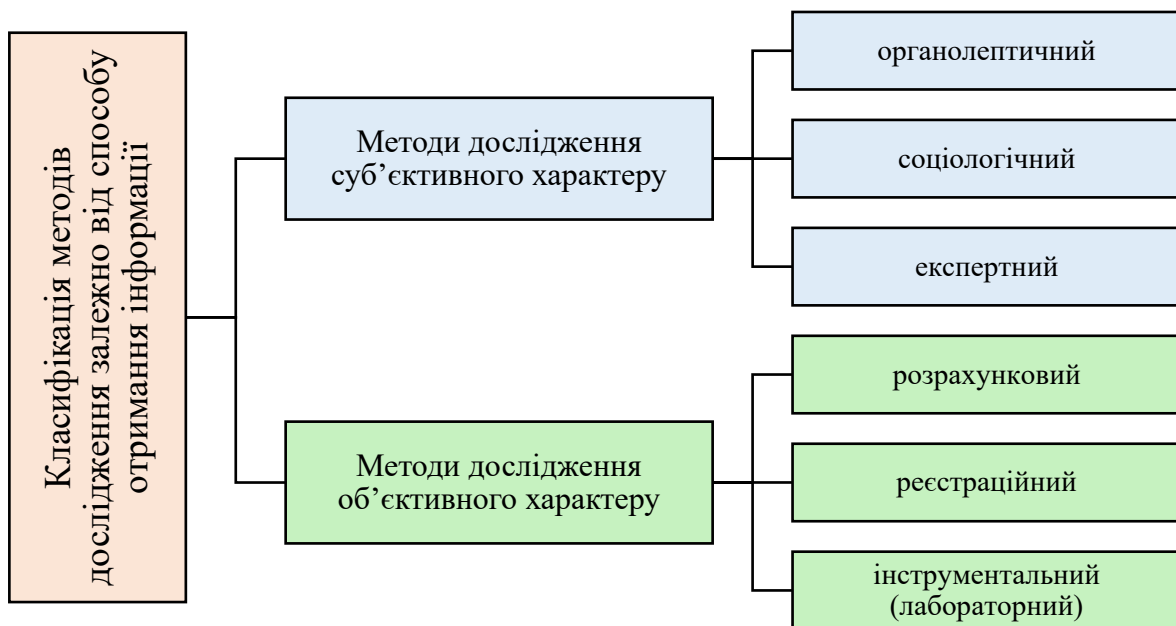


Рисунок 1.6 – Класифікація методів дослідження залежно від способу отримання інформації

1.3. Роль стандартизації та метрології у забезпеченні якості продукції

Важливими елементами механізму управління якістю продукції є метрологія, стандартизація та оцінка відповідності продукції.

Розроблення і застосування вимірювальних приладів обумовлене тим, що організм людини має у своєму розпорядженні тільки фізіологічні сенсорні аналізатори, що забезпечують суб'єктивну точність порівняння у досить обмеженому діапазоні – органи смаку, запаху, зору, слуху й органи дотику. Тому потрібні більш об'єктивні «перекладачі», якими виступають вимірювальні прилади.

Правильність вибору вимірювального приладу для проведення необхідних вимірювань для експерта-товарознавця ґрунтується на знаннях про їх принципи роботи та конструктивне виконання. Розуміння принципу роботи вимірювального приладу визначить максимальну точність вимірювання, а знання конструктивного виконання забезпечить правильну експлуатацію, що в сукупності дасть об'єктивну оцінку якості товару, що досліджується.

Метрологія – наука про вимірювання, методи і засоби забезпечення вимірювання їх єдності і способи досягнення потрібної точності.

Метрологія товарів – це галузь метрології про вимірювання, яка розробляє методи дослідження, що застосовуються для оцінки показників якості товарів.

Під **вимірюванням** розуміють встановлення значення фізичної величини дослідним шляхом за допомогою спеціальних технічних засобів.

Кількісний аналіз хімічного складу речовини, що виконується будь-яким методом, є вимірювальним процесом, метою якого є отримання достовірної інформації про вміст компонентів, що визначаються.

Метод вимірювання параметра досліджуваної речовини – визначення принципів, покладених в основу вимірювання параметра речовини.

Приклад різних методів (принципів) вимірювання одного й того ж параметра (показника) досліджуваної речовини – ваги (P):

– 1 метод – зважування на терезах;

– 2 метод – розрахунок ваги за формулою: $P = \rho \cdot V \cdot g$, де ρ – щільність; V – (об'єм); g – (прискорення земного тяжіння).

Вимірювання називають прямими, якщо шукане значення величини знаходять безпосередньо з дослідних даних (маса проби (на аналітичних терезах), об'єм розчину титранта (бюреткою)).

Вимірювання називають непрямими, якщо шукане значення величини отримують на основі відомої залежності між цією величиною і величинами, що піддаються прямим вимірюванням (визначення концентрації елемента в розчині на основі відомої залежності оптичної густини розчину від вмісту в ньому елемента: спочатку знаходять прямим вимірюванням допоміжну величину (оптичну густину розчину), яку потім підставляють у відомі аналітичні формули).

Варто зазначити, що важливість метрологічного забезпечення не обмежується його роллю в підвищенні якості продукції та послуг. Вимірювання лежать в основі процесів обліку витрат і дозування матеріальних і енергетичних ресурсів, технічної діагностики та управління технологічними процесами, наукових досліджень тощо. Недостатня точність вимірювань призводить до порушень технологічного процесу та до браку під час контролю готової продукції. Ефективний контроль якості неможливий без створення ефективно діючої системи забезпечення єдності та необхідної точності вимірювань.

Єдність вимірювання – забезпечення отримання однакового аналітичного виміру показника різними методами.

Засоби вимірювання параметра досліджуваної речовини – це міри, вимірювальні прилади, вимірювальні установки, вимірювальні приналежності, матеріали, які використовують для його вимірювання. За метрологічним призначенням засоби вимірювань поділяють на зразкові і робочі. Зразкові засоби вимірювань призначені для перевірки за ними інших засобів вимірювань як робочих, так і зразкових менш високої точності. Робочі засоби вимірювань застосовуються для вимірювань, які слугують конкретним цілям у різноманітній аналітичній діяльності.

Взаємозв'язок стандартизації і якості продукції здійснюється через комплексну розробку стандартів на сировину, матеріали, напівфабрикати, комплектуючі вироби, обладнання, оснащення і готову продукцію, а також через установлення у стандартах технологічних вимог і показників якості, єдиних методів та засобів контролю.

Однією зі складових частин оцінювання якості є *оцінка відповідності* – процес доведення того, що визначені вимоги, які стосуються продукції, процесу, послуги, системи, особи чи органу, були виконані.

Оцінка відповідності запевняє споживача в об'єктивності результатів проведених випробувань та сертифікації продукції. Якість та відповідність продукції нормативним документам оцінюється органами з оцінки відповідності, а властивості продукції визначаються шляхом випробувань у лабораторіях.

1.4. Взаємозв'язок показників якості, отриманих органолептичним та інструментальним методами

Органолептичний метод оцінки якості продукції – за допомогою зору, слуху, нюху, дотику, смаку – застосовувався людиною з давніх часів, задовго до появи хімічних, фізичних, фізико-хімічних і мікробіологічних методів. Але і сьогодні метод широко використовується на етапах обговорення наукових експериментів, виробничих випробувань нових технологічних прийомів і режимів та дозволяє відрізнити високоякісний продукт від неякісного, фальсифікований від натурального.

Незважаючи на різноманіття інструментальних методів оцінки якості товарів, можна з упевненістю стверджувати про те, що їх використання для визначення хімічного складу і фізичних показників харчових продуктів не дає можливості оцінити їх якість так, як її оцінює споживач. Так, наприклад, лабораторними методами не оцінити такі показники (споживчі показники), як зовнішній вигляд, смак, запах, колір; на їхній величині не позначаються такі недоліки у продуктах, як мулистий присмак риби, хлівний запах молока, запах нафтопродуктів у крупах чи борошні.

Про те, що інструментальних методів аналізу недостатньо для повної оцінки якості продукції свідчить також факт, що хімічний склад високоякісних і посередніх харчових продуктів може бути близьким, а органолептичні показники цих продуктів будуть істотно відрізнятися. Досить складно кількісно визначити речовини, які формують аромат продуктів.

Органолептична оцінка деяких показників якості харчових продуктів перевищує за швидкістю і чутливістю застосовувані сьогодні апаратурні методи, основою яких є складна і трудомістка лабораторна методика.

Всебічний контроль якості продуктів здебільшого базується на поєднанні лабораторних та органолептичних методів. Наприклад, мікробіологічні показники поряд з органолептичними застосовуються для оцінки свіжості і нешкідливості харчових продуктів. Для багатьох напоїв встановлені норми кислотності і масової частки цукру, що забезпечують відповідні смакові властивості.

Якщо врахувати переваги органолептичних методів оцінки якості продукції (доступність, швидкість, економічність, наближеність до споживчої оцінки), то цілком зрозуміло, що в умовах роздрібною торгівлі цей метод набуває першорядного значення.

Для того щоб органолептичним методам надати певної об'єктивності, для оцінки органолептичних показників якості товарів розроблені балові оцінки, які розглянемо пізніше. Кількісне значення органолептичних показників у балах дозволяє використовувати розрахункові та графічні прийоми для визначення кореляції між показниками, визначеними органолептичними та лабораторними методами.

Питання для самоконтролю

1. Показник, прийнятий за основу під час порівняльної характеристики показників якості, – це:

- а) базовий показник;
- б) визначальний;
- в) комплексний;
- г) узагальнений.

2. Дефект товару, для виявлення якого в нормативних документах, обов'язкових для цього виду контролю не передбачені відповідні правила, методи і засоби, – це:

- а) явний дефект;
- б) прихований дефект;
- в) критичний дефект;
- г) усувний дефект.

3. Підберіть пару:

- 1) методи суб'єктивного характеру: а) органолептичний;
- 2) методи об'єктивного характеру: б) соціологічний;
в) розрахунковий;
г) інструментальний.

4. Проведення вимірів випробування або оцінювання характеристик товару та порівняння отриманих результатів зі встановленими вимогами для визначення відповідності з кожної із цих характеристик – це:

- а) метрологія;
- б) контроль якості;
- в) стандартизація;
- г) повірка.

5. Методи досліджень, що використовуються у товарознавстві, класифікують на (вказіть неправильну відповідь):

- а) теоретичні;
- б) емпіричні;
- в) практичні;
- г) соціологічні.

6. Які методи досліджень не застосовуються в торгівлі та харчовій промисловості:

- а) системного аналізу;
- б) соціологічний;
- в) лабораторний;
- г) експертний.

7. Метод, що ґрунтується на інформації, одержаній з використанням технічних вимірювальних засобів:

- а) вимірювальний;
- б) лабораторний;
- в) сенсорний;
- г) інструментальний.

8. Метод, який ґрунтується на визначенні якості товару за допомогою органів відчуття, – це:

- а) органолептичний;
- б) вимірювальний;
- в) лабораторний;
- г) соціологічний.

9. Методи, якими визначають склад продукту; зміни, які відбуваються в ньому під час виробництва, зберігання, транспортування, – це:

- а) хімічні;
- б) мікробіологічні;
- в) товарознавчо-технологічні;
- г) фізіологічні.

10. Найчастіше органолептичні дослідження харчових продуктів проводять за таких випадків:

- а) для виявлення відмінностей у різних товарах чи партіях;
- б) для контролю якості продукції у процесі виробництва;
- в) для оцінки якості товару в торгівлі;
- г) усі відповіді правильні.

Тема 2. Загальні відомості про сенсорний аналіз, його роль і місце в системі дослідження якості товарів

2.1. Органолептична та сенсорна оцінки якості товарів як наукові поняття

Для фахівців-товарознавців важливим є правильне використання і тлумачення професійних термінів: «органолептичний аналіз» та «сенсорний аналіз», які досить часто застосовуються як рівнозначні. Сучасний рівень розвитку науки органолептики свідчить про те, що ці поняття необхідно розділити.

Термін «*органолептичний*» походить від грецьких слів *organon* (знаряддя, інструмент, орган) і *leptikos* (схильний приймати) та означає: «виявлений за допомогою органів чуттів».

Як було зазначено в темі 1 (п. 1.2.2), *органолептичний метод* – це метод визначення показників якості продукції на основі аналізу сприйняття органів чуття (зору, нюху, слуху, дотику, смаку).

Органолептична оцінка – це оцінка відповідної реакції органів чуттів людини на властивості досліджуваного об'єкта, яка визначається за допомогою якісних і кількісних методів. Якісна оцінка виражається за допомогою словесних описів, а кількісна, що характеризує інтенсивність відчуття, – у числах (шкалах) або графічно.

Органолептичну оцінку товару може дати будь-який споживач з власної точки зору, навіть якщо він недостатньо обізнаний з особливостями товару та прийомами оцінки його якості. Але така оцінка не може бути підставою для визнання товару неякісним.

Термін «*сенсорний*» також означає «чутливий» і походить від латинського слова *sensus* (почуття, відчуття).

Відповідно до ДСТУ ISO 5492:2006 «Дослідження сенсорне. Словник термінів» *сенсорний аналіз* (*sensory analysis*) – це дослідження з метою оцінки органолептичних показників продукту за допомогою органів чуттів.

Сенсорний аналіз базується на застосуванні науково обґрунтованих методів і умов, що гарантують точність та відтворюваність результатів такого аналізу. Це оцінка якості товару висококваліфікованими фахівцями, які достатньою мірою знають його особливості, володіють методикою визначення окремих органолептичних показників та їх сукупності. Тому така оцінка може бути обґрунтованою підставою для забракування товару.

Різновидом сенсорного аналізу є *дегустація (tasting)* – випробування, що проводяться групою осіб для органолептичної оцінки харчового продукту в ротовій порожнині з метою визначення його якості.

2.2. Психофізіологічні основи органолептики.

Сенсорні системи людини та їх структура

Сенсорний аналіз являє собою виключно фізіологічний процес, у якому беруть участь всі органи чуття людини, які призначені для взаємозв'язку і пристосування до навколишнього світу.

Органи чуття – це морфофункціональні утворення, які забезпечують сприйняття різних подразнень, що діють на живий організм та призначені для взаємозв'язку і пристосування до навколишнього світу. Водночас органи чуття людини виконують роль приймачів і перетворювачів певної інформації, вони лише сприймають подразнення, а аналізують їх певні ділянки головного мозку.

Термін «сенсорні системи» (лат. *sensus* – чуття) замінив назву «органи чуття», що збереглося лише для позначення анатомічно відокремлених периферичних відділів деяких сенсорних систем (наприклад, очей або вух). У вітчизняній літературі як синонім «сенсорної системи» застосовується поняття «аналізатор», що вказує на функцію сенсорної системи.

Сенсорні системи організму – це сукупність допоміжних утворень, рецепторів, нервових шляхів і центрів, подразнення яких призводить до появи специфічного чуття, характерного для цієї сенсорної модальності.

Основні функції сенсорної системи полягають у забезпеченні виявлення, розрізнення і впізнання сигналів зовнішнього світу і формування сенсорних образів.

Усі сенсорні системи (кожен аналізатор) складаються з чутливого периферичного (рецепторного) відділу, провідникової частини, первинних проєкційних областей кори і вторинної сенсорної кори головного мозку (рис. 2.1).

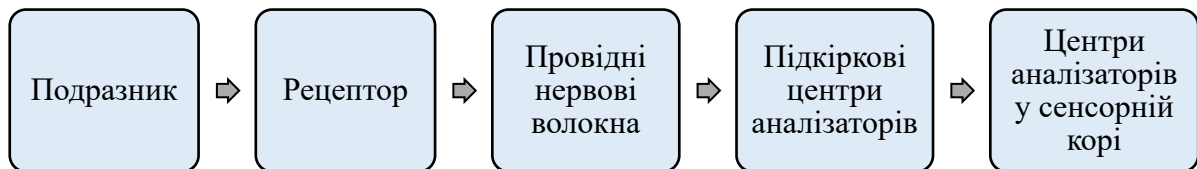


Рисунок 2.1 – Загальний принцип роботи сенсорних систем

Периферичний відділ являє собою нервові закінчення – рецептори, які перетворюють енергію подразників з різним потенціалом (різної сили) в енергію електричних імпульсів різної сили, яка і передається в нервову систему. Важливою особливістю рецепторного потенціалу є чітка кількісна залежність його величини від якісної та кількісної характеристики подразника. Ця особливість дає можливість на рецепторному рівні проводити аналіз прийнятої енергії подразника і починати кодувати отриману інформацію, виділяти окремі її ознаки. Завдяки високій виборчій чутливості рецепторів серед безлічі різних подразників ними вибираються тільки ті, які викликають утворення рецепторного електричного потенціалу. Рецепторний потенціал є першою і найважливішою ланкою в ланцюзі послідовних явищ, які потім виникають у системі відповідного аналізатора. На вищих рівнях сенсорної системи аналізатора присутні елементи, які інтегрують інформацію, що надходить від різних рецепторів, відбирають її і порівнюють за певними ознаками з еталонами, які накопичуються і зберігаються в пам'яті. Звідси випливає, що в процесі розвитку людини відбувається накопичення сенсорних знань, які потім використовуються людиною в її майбутній діяльності, у пізнанні навколишнього світу.

У кожному органі чуття, крім рецепторів, є допоміжні структури, які не лише оберігають рецептори від пошкодження, але й відіграють значну роль у процесах сприйняття подразнень.

Провідникова частина представлена різними нервами вегетативної і периферичної нервової системи (ядрами таламуса, їх проєкціями на відповідні ділянки кори мозку, мозочком).

Нервовий імпульс (лат. *impulsus* – удар, поштовх) забезпечує передачу інформації від периферичних рецепторних закінчень до нервових центрів

У корі головного мозку – центральний відділ аналізатора – відбувається вищий аналіз і синтез інформації, що надійшла, і відповідь на неї.

Отже, рецептори, нерв і певна зона кори великих півкуль утворюють єдине ціле, що забезпечує сприйняття і розпізнавання подразнень, а також відповідь організму на ці подразнення.

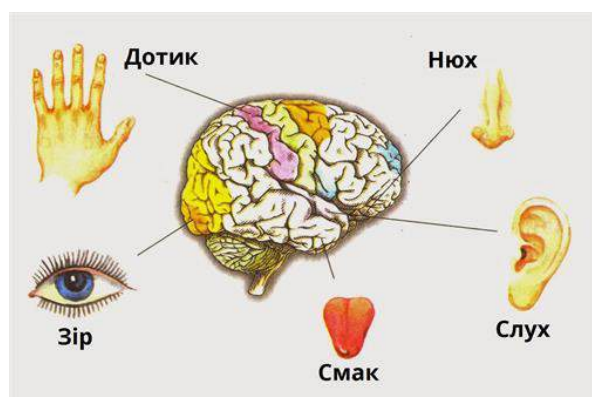


Рисунок 2.2 – Локалізація аналізаторів

У корі головного мозку, де відбувається аналіз і синтез інформації, що надійшла, кожен аналізатор має певну локалізацію (рис. 2.2). Так, зоровий аналізатор розташований у потиличній ділянці; слуховий – у скроневій; смаковий і нюховий – на внутрішній поверхні кожної півкулі; тактильний – на ділянці кори, що лежить по обидва боки

від центральної борозни. Деякі аналізатори мають кілька проєкційних ділянок, розташованих у різних частинах головного мозку.

У кіркових відділах аналізаторів є нейрони, що реагують тільки на одне сенсорне подразнення. Це *специфічні* проєкційні нейрони. Поруч з ними розміщені *неспецифічні* нервові клітини, що реагують на різні сенсорні подразники.

Для органів чуття людини характерні такі властивості, як вразливість, чутливість, сенсорна пам'ять тощо.

Вразливість органів чуття. Вважається, що природного максимуму реакція органів чуття досягає приблизно до 20 років.

У цей період розвитку людина краще бачить і добре сприймає силу імпульсу будь-якого подразника нервової системи. Водночас у цьому віці молода людина ще не навчилася правильно використовувати дані природою органи чуття і не здатна правильно оцінювати отриману інформацію. Це можна пояснити відсутністю досвіду та цілеспрямованого навчання і тренування. Під час правильного способу життя вразливість органів чуття за умови їх постійного тренування з роками не лише зберігається, але й може навіть зростати.

Чутливість – здатність живого організму сприймати дії подразників із зовнішнього і внутрішнього середовища. Чутливість органів чуття характеризується величиною порогу відчуття.

Поріг відчуття – це найменша інтенсивність дії подразника, яка здатна викликати відповідну реакцію з боку органу чуття. Розрізняють два види порогів: поріг відчуття і поріг сприйняття. Якщо відчуваємо смак, але не можемо визначити його якісно (смак якої речовини викликає таке відчуття), то в цьому випадку можна стверджувати *про поріг відчуття*. Якщо ж під час незначного підвищення концентрації цієї смакової речовини починаємо розуміти, чим (якою речовиною) викликане відчуття, то маємо справу вже з *порогом сприйняття* (впізнавання). Величини порога відчуття і порога сприйняття для кваліфікованих оцінювачів за стандартних умов проведення аналізу є постійними.

Наприклад, більшість продовольчих товарів досить швидко втрачають набуті у процесі виробництва властивості, тому фахівцям-оцінювачам (товарознавцям, експертам, технологам) для об'єктивної оцінки продукту в потрібний момент необхідно пам'ятати показники якості («еталону») цього товару. Крім того, фахівці повинні накопичувати та утримувати у своїй пам'яті показники якості «ідеального товару», дізнаватися і чітко формулювати ці властивості, які виникають у процесі виробництва товару, транспортування і зберігання. Отже, у процесі проведення сенсорного аналізу основну роль відіграють запам'ятовування і збереження в пам'яті інформації про високоякісний товар, а також уміння швидко згадувати й ідентифікувати на цій основі властивості оцінюваного товару. Іншими словами, кваліфікований фахівець повинен володіти відмінною сенсорною пам'яттю.

Сенсорна пам'ять – це здатність запам'ятовувати і розпізнавати різні імпульси і враження. На вразливість органів чуття людини, тобто на результати сенсорного аналізу впливають різні фактори: стан і можливості нервової системи, сила і час дії імпульсу, природа подразника, фізіологічні особливості аналізатора (адаптація, стомлюваність), умови життя, умови і методи проведення аналізу тощо.

Стан і можливості нервової системи людини пов'язані з її віком, життєвим досвідом, сенсорною практикою, ставленням до службових обов'язків, натренованістю, станом здоров'я тощо.

Вразливість органів чуття залежить не тільки від сили імпульсу (міра дії сили подразника за певний період часу). Вона значною мірою пов'язана з фізіологічними особливостями аналізатора людини. За одночасного впливу декількох імпульсів враження можуть взаємно гаситися, компенсуватися, послаблюватися і посилюватися. Наприклад, кислий смак пом'якшується в присутності солодких речовин; після солодкого смаку відчуття кислого смаку значно посилюється.

Важливою властивістю органів чуття, яке не можна не враховувати у процесі сенсорного аналізу, є їх адаптація.

Адаптація – це пристосування живого організму до постійно мінливих умов існування у зовнішньому середовищі, вироблене у процесі еволюції. Без адаптації неможлива підтримка нормальної життєдіяльності будь-якого живого організму. *Фізіологічна адаптація* – зміна рівня чутливості певного аналізатора під впливом адекватного подразнення. Вона виражається як у зниженні, так і підвищенні чутливості (чутливість ока до світла в темряві підвищується, а у процесі дії світла – знижується). Про стан фізіологічної адаптації судять за зміною порога чутливості аналізатора залежно від зміни інтенсивності імпульсу. Адаптація може бути *зорова, слухова, звукова, смакова*.

Фізіологічна стомлюваність органів чуття пов'язана не тільки з тривалістю та інтенсивністю імпульсів, але й такими факторами, як втрата чутливості під впливом психологічних причин, загальна втома організму, хвороба. Тому під час проведення сенсорного аналізу (особливо у процесі оцінки якостей значної

кількості зразків одного виду продуктів: чаю, сирів, ковбас) необхідно суворо обмежувати кількість зразків, пропонованих для одночасної оцінки. Вважається, що кількість зразків, яке об'єктивно за робочий день може оцінити фахівець, не повинно перевищувати 10–15 залежно від особливостей товару. При цьому необхідно пам'ятати, що час відновлення чутливості органів почуттів коливається від 5 до 20 хв.

Важливим фактором, що впливає на чутливість органів відчуття, є *умови життя людини* (ставлення до свого здоров'я, куріння, вживання міцних алкогольних напоїв). Наприклад, у курців під впливом нікотину притупляється сприйнятливність до гіркого і солодкого смаку, до запаху. Найчастіше ці люди не можуть кваліфіковано проводити органолептичний аналіз.

Аналізатори характеризуються загальними властивостями:

- мають надзвичайно високу чутливість до певних подразників; кількісною характеристикою чутливості є порогова інтенсивність: чим нижча порогова інтенсивність, тим вища чутливість рецептора;

- мають диференційовану чутливість, тобто здатні визначати різницю в інтенсивності подразника; ця функція аналізатора визначається диференційованим порогом – найменшою величиною, на яку необхідно змінити інтенсивність дії подразника, щоб викликати ледь помітну зміну відчуття;

- можуть пристосовувати рівень своєї чутливості до інтенсивності і сили дії подразника (адаптація);

- здатні до тренувань: підвищення чутливості можна досягти тренуваннями системи;

- здатні певний час зберігати відчуття від дії подразника навіть тоді, коли цю дію припинено;

- за умови нормального функціонування нервової системи окремі аналізатори перебувають у постійній взаємодії, що дозволяє аналізувати предмети і явища навколишнього світу з різних сторін та відобразити найбільш об'єктивний їх образ.

2.3. Показники якості продукції (товарів), які визначаються за допомогою відчуттів людини

На рис. 2.3 наведено класифікацію органолептичних показників, які визначають відповідним органом чуття.

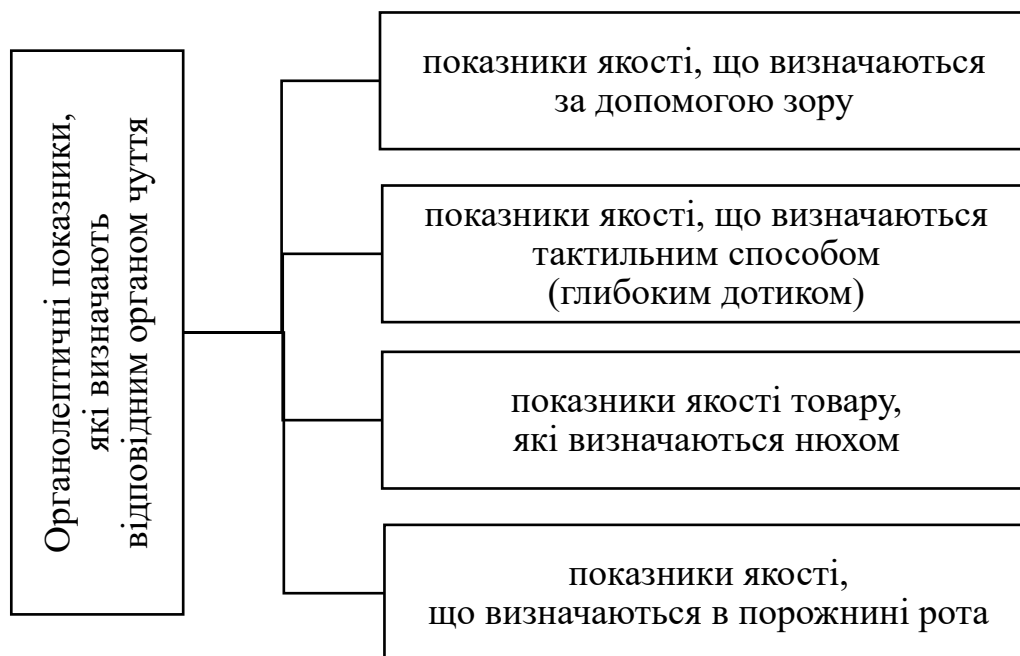


Рисунок 2.3 – Класифікація органолептичних показників якості продуктів

2.3.1. Оцінка якості товарів за допомогою органу зору

Серед усіх видів відчуттів зорові відчуття є основними, що відіграють значну роль у психічній діяльності людини. За допомогою зору людина відтворює картину зовнішнього середовища й складає первісне уявлення про характер явища та його властивості.

Дослідники встановили, що зір дає близько 90 % усієї інформації про зовнішній світ. За один день людина бачить так багато, що знадобиться 19 км кіноплівки. Оптична частина ока має практично необмежену сприймаючу здатність.

Колірний зір – своєрідний механізм взаємозв'язку людини із навколишнім середовищем: він попереджає її про небезпеку, змушує радіти або страждати, впливає на самопочуття й працездатність, покращує апетит, їжа здається смачнішою. Під впливом

різних кольорів у людини можуть виникати різні почуття: синій викликає почуття холоду, жовтогарячий – тепла, коричневі й жовті тони сприяють заколисуванню, а зелений і блакитний – заспокоюють, блакитний колір використовують для лікування безсоння. Ця ж закономірність проявляється і під час вибору товарів, споживчого визначення їх якості.

Колірні переваги тісно пов'язані із соціальними факторами, рисами характеру людини. Так, молодим людям властиві прагнення до яскравого кольору. Експериментально встановлено, що основні кольори в міру їхньої переваги людьми можна розташувати так: голубий – фіолетовий – білий – рожевий – пурпурний – червоний – зелений – жовтий – жовтогарячий – коричневий – чорний (тут не враховується мода).

Колір, блиск, зовнішній вигляд товару, його форма й упакування мають вирішальне фізіологічне і психологічне значення під час вибору й первісної оцінки його якостей.

Так, у процесі вибору харчових продуктів споживач найчастіше керується не стільки смаковими, скільки зоровими відчуттями (рис. 2.4). Тобто під час вибору харчових продуктів зорові відчуття є основними, і цього недооцінювати не можна.



Рисунок 2.4 – Вибір харчових продуктів за допомогою органів відчуття, % (за даними Д. Тільгнера)

Відмінною рисою зорових відчуттів під час оцінки якості товарів є те, що у процесі подразнення одного рецептора визначається відразу декілька його властивостей: зовнішній вигляд, форма, розмір, колір, блиск, прозорість, однорідність, консистенція.

Колір є одним з найважливіших показників якості товарів, однак точно визначити його складно через широкий діапазон кольорової шкали та відтінків, які залежать від освітленості та насиченості кольору. Колір білий, якщо товар майже повністю відбиває світло, що падає на нього (до 95 %). Колір чорний, якщо товар майже повністю поглинає світло, що падає на нього (до 95 %). Товар забарвлений, якщо він поглинає частину променів видимого світла, а інші промені відбиває. Водночас колір непрозорого товару визначається кольором тих променів, які він відбиває. Денний «білий» колір складається із семи кольорів сонячного спектра: фіолетового, синього, блакитного, зеленого, жовтого, жовтогарячого, червоного. Здатність товарів поглинати, пропускати й відбивати певні промені видимого світла визначається особливістю їх будови й хімічного складу.

Умови проведення зорових оцінок подано на рис. 2.5.

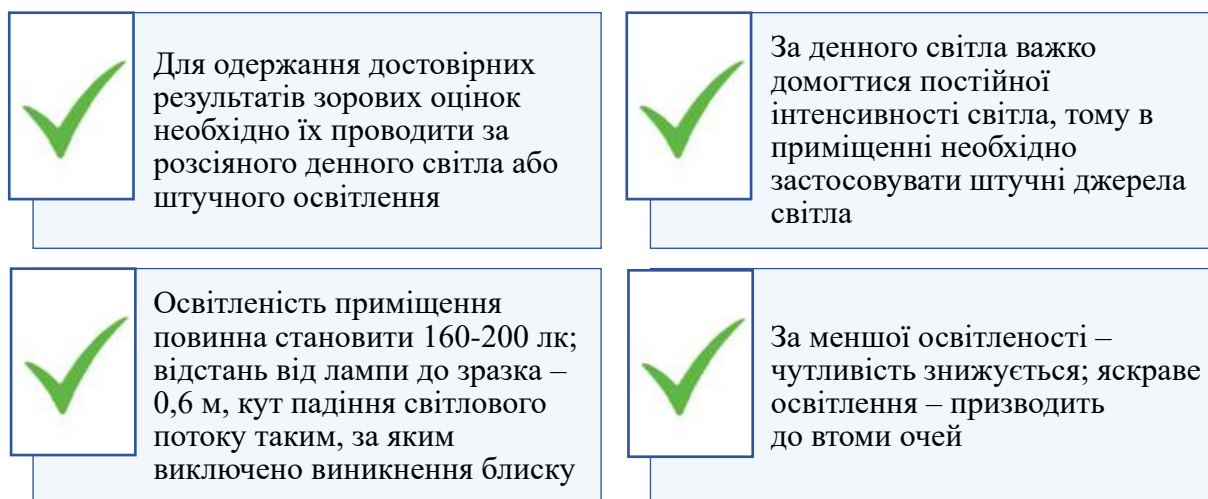


Рисунок 2.5 – Умови проведення зорових оцінок

У практичній діяльності органолептичний метод визначення забарвлення товарів належить до дешевих та прискорених методів. Вважається, що людський зір щодо точності й швидкості визначення кольору досі більш досконалий порівняно з фізичними методами.

Під час зорової оцінки необхідно пам'ятати, що зорові враження викликають у споживача певні асоціації, особливо це стосується саме кольору. Звикнувши до споживання / використання товару з певним зовнішнім виглядом, споживач нерозривно пов'язує із цим товаром властиве йому забарвлення.

У процесі підбору оцінювачів для органолептичних аналізів, у яких головну роль відіграє зорова оцінка, необхідно звертати увагу на їх спостережливість. Особливо це необхідно під час проведення оцінювань, у яких необхідно розпізнати незначні відмінності якісних характеристик товару.

Установлено, що максимальне розпізнавання кольору спостерігається у денний час – від 13 до 15-ї години, а мінімальне – на 23–24 години ночі.

2.3.2. Сприйняття та визначення запахів

Нюх з давніх часів забезпечував істотам дві найголовніші функції – харчування та розмноження. Запах відчувається органом нюху, високо чутливим, здатним сприймати незначні імпульси подразнень запахів речовини. Шкала чутливості органу нюху настільки велика, що навіть найдосконаліші прилади поки не можуть конкурувати з людиною.

Імпульси запаху (*імпульс* – речовина або фізичний вплив, що викликає відчуття під час взаємодії з хеморецепторами) впливають на функції людського організму, особливо на його судинну систему.

Приємні запахи викликають розширення судин; підвищують продуктивність праці; знижують кров'яний тиск, підвищують температуру, в результаті чого настає приємний, блаженний стан організму (запахи троянди, бузку тощо); заспокійливо діють на нервову систему.

Неприємні запахи викликають звуження закінчень кровеносних судин, зниження кров'яного тиску, температури й найчастіше призводять до неприємного, іноді навіть відразливого враження. За допомогою органу нюху людина охороняє себе від прийому недоброякісної їжі, розрізняє масу різноманітних речовин, визначає високу якість продукту; запах сигналізує про небезпеку: запах гару, запах гниття.

Речовини, що обумовлюють запах, називаються *осмофорами* (гр. *osme* запах + *phore* носій), а наука про запахи – *осмією*.

Рецепторами нюху є нюхові клітини, розташовані в порожнині носа. Ділянка нюху розташована у верхній частині носової порожнини й займає верхні носові раковини й невелику ділянку носової перегородки загальною площею близько 500 мм². Кількість рецепторів нюху велика, близько 40 млн; на площі в 1 мм² розташовано понад 100 тис. нюхових клітин.

Сприйнятливість запахів у різних людей різна. Одні досить сприйнятливі (особливо люди сліпі, глухі), інші слабше розрізняють запахи (залежить і від стану організму, умов життя тощо). Є люди, в яких нюх зовсім відсутній. Зустрічаються випадки, коли люди не сприймають того чи іншого запаху (явище часткової аномалії). Жінки мають більш високу чутливість нюху, ніж чоловіки. Людина може за допомогою вправ підвищити чутливість органів нюху, розширити пам'ять запаху.

У цілому людина має досить високу здатність до сприйняття запахів. Вважається, що людина може розрізняти від декількох сотень до декількох тисяч запахів, а кваліфікований оцінювач здатний сприймати близько 10 тис. різних запахів.

У слизовій оболонці носа розташовані також залози Боумена, що постійно виділяють рідину, яка змочує слизову оболонку й закінчення рецепторів нюху. Нюхові клітини в епітелії оточені випарними клітинами, і тільки вершина клітини – нюхова булава й волоски – є вільними, тобто можуть рухатися. Нюхова булава й волоски занурені в цю рідину. Нюхові волоски перебувають у безперервному русі. Згинаючись у різні сторони, вони ніби розшукують та уловлюють молекули пахучих речовин, які, перед тим як досягти нюхових рецепторів, повинні розчинитися в рідині.

Процес сприйняття запаху нині повністю не вивчений, хоча існує багато різноманітних теорій сприйняття запахів (табл. 2.1).

Таблиця 2.1 – Теорії сприйняття запахів рецепторами нюху

Теорія	Характеристика
Хімічна	виникнення імпульсу в рецепторах нюху відбувається в результаті хімічного збудження нервових клітин під час зіткнення з молекулами запахової речовини
Хвильова (теорія коливання)	виникнення імпульсу в рецепторах нюху відбувається в результаті коливань, що виникають у процесі зіткнення молекул запахової речовини з нервовими закінченнями рецепторів
Вібраційна	виникнення імпульсу в рецепторах нюху відбувається в результаті випромінювання, що виділяється частками, що пахнуть, збудливий орган нюху, аналогічно тому, як світлові промені збуджують орган зору
Сtereo-хімічна	виникнення імпульсу в рецепторах нюху відбувається в результаті дії пахучих речовин на волосинки-антени своєю формою та розміром (за принципом: як ключ потрапляє до замка)
Комбінаторна	механізм нюху у ссавців працює за комбінаторним принципом: замість виділення окремого рецептора під кожен специфічний запах система нюху використовує «рецепторний алфавіт», що виливається в специфічну відповідь на запах, що переробляється в нейронах мозку

Відомо, що запахи, потрапляючи разом з повітрям у порожнину носа, розчиняються в рідині нюхового епітелію, де вони сприймаються волосками – антенами, у результаті чого в нюховій клітині виникає імпульс збудження – біострум, що і передається в нюховий центр кори головного мозку. Підраховано, що для виникнення імпульсу в рецепторі нюху необхідна дія близько восьми молекул пахучої речовини. Для виникнення відчуття запаху необхідне збудження не менше ніж 40 нюхових клітин.

Класифікація запахів є досить складною й до кінця ще не встановленою проблемою. Існує декілька класифікацій запахів, що відрізняються між собою за кількістю основних запахів, але жодна з них не є цілком задовільною.

Найдавніша класифікація належить Карлу Ліннею (1756 р.) (рис. 2.6 [a]). Недоліком є суб'єктивізм і принципові неточності, наприклад, наркотики мають різні запахи.

За класифікацією Крокера і Гендерсона всі запахи зведені в чотири основні групи (рис. 2.6 [б]), а всі інші є комбінацією, сумішшю цих основних запахів.

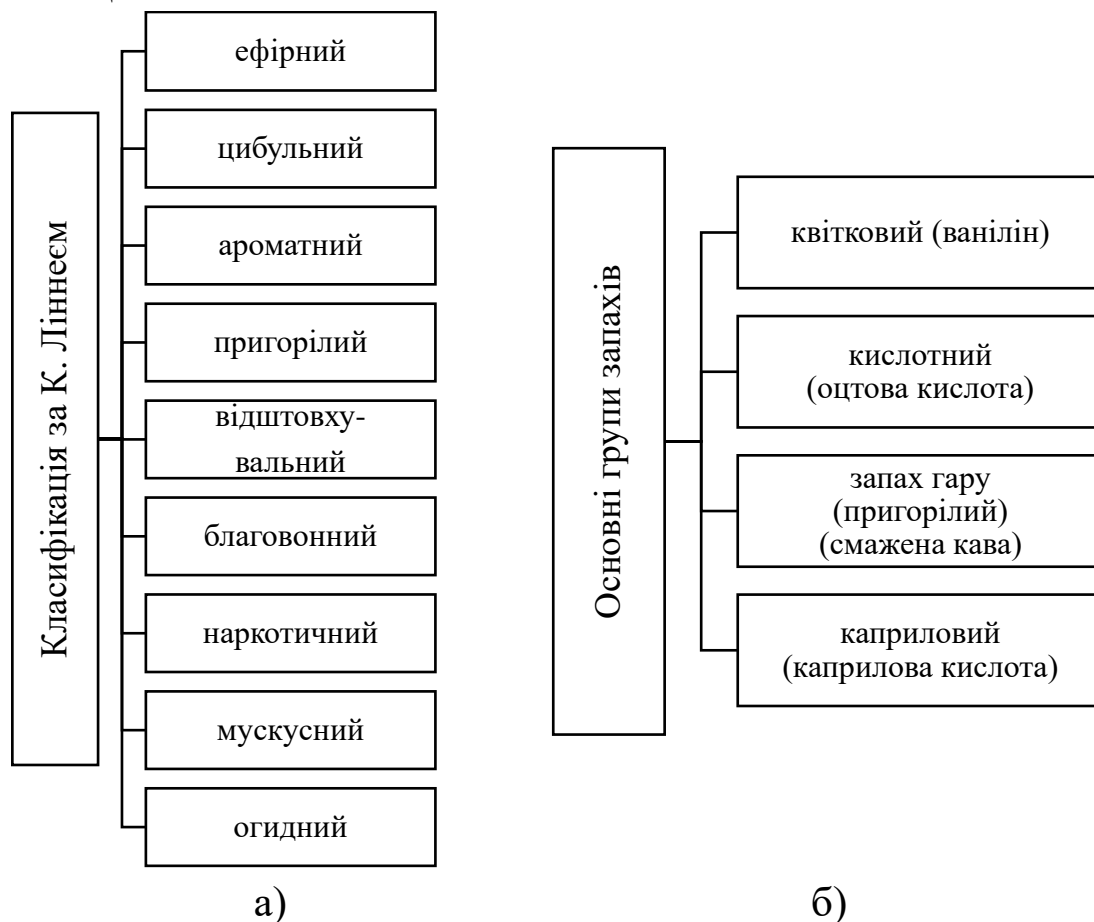


Рисунок 2.6 – Класифікація запахів за:
а) К. Ліннеєм; б) Крокером і Гендерсоном

За класифікацією Девіса всі запахи підрозділяють на 10 основних запахів (табл. 2.2). Усі інші запахи розглядаються як суміші.

Таблиця 2.2 – Класифікація запахів за Девісом

Запах				
мускусний	амбровий	кедровий	квітковий	камфорний
перцевий	мигдальний	ефірний	фруктовий	спиртовий

Усі пахучі речовини за Еймуром діляться на 7 основних запахів (рис. 2.7), а інші запахи – їхня суміш. Однак проти цієї теорії є заперечення: вважається, що 7 звичних запахів не можуть пояснити високу інформаційну місткість нюхового апарату людини.

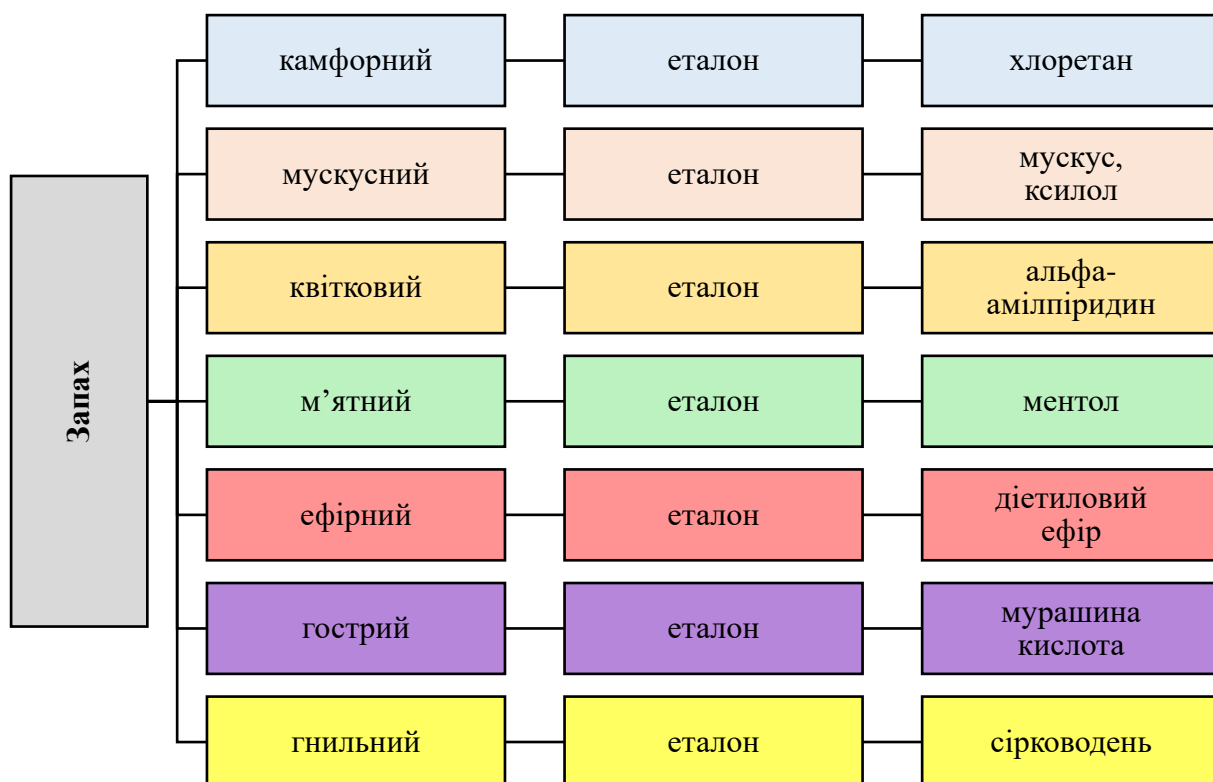


Рисунок 2.7 – Теорія сприйняття запахів за Еймуром

Відповідно до математичних розрахунків кількість первинних запахів повинна бути не менш ніж 25–30. Тільки за цією умови можлива велика й достовірна інформація, якою володіє ніс людини.

Особливості сприйняття запаху під час оцінки якості харчового продукту. Гарний, приємний запах продукту привертає увагу, підсвідомо впливає на більш позитивну оцінку у процесі визначення його якості.

Запах – відчуття комплексне, що виникає під впливом дії не тільки рецепторів нюху, але й інших рецепторів, розташованих у порожнині носа (температурних, тактильних). Так, ментол і камфора викликають відчуття холоду, метиловий, етиловий спирт – відчуття тепла, а толуол, ксилол, аміак, нікотин – тактильні відчуття.

Розмежувати відчуття, що сприймаються рецепторами нюху, від відчуттів, що викликані подразненням рецепторів (температурних, тактильних), важко.

Визначення запахів ускладнюється ще й тим, що часто на практиці доводиться мати справу не з одним чистим основним запахом, а з одночасним впливом двох, трьох і більше запахів різної інтенсивності. У результаті цих процесів можуть бути випадки маскування та компенсації запахів.

Маскування запахів полягає у придушенні слабкого запаху запахом з більш сильним імпульсом. У результаті взаємодії двох або навіть трьох запахів приблизно однакової інтенсивності відчуття запаху органом нюху не сприймається зовсім, тобто відбувається їхня взаємна **компенсація**.

Можливість придушення запахів і взаємна компенсація мають велике практичне значення для поліпшення аромату. На практиці розрізняють такі поняття, як запах, аромат і букет.

Запах – відчуття, що виникає у процесі збудження рецепторів нюху, відображає властивості стимулу та фізіологічні особливості індивіда.

Аромат – природний, характерний запах продукту (аромат свіжих фруктів, прянощів).

Букет – приємний запах, що розвивається і формується під впливом складних процесів, що відбуваються під час дозрівання, бродіння і ферментації (наприклад, «букет» витриманого вина).

Умови визначення запахів. Визначення запахів повинне відбуватися у відповідних умовах, тому що вразливість органів нюху залежить від ряду факторів (рис. 2.8). На результат дослідження значно впливає чистота повітря, коливання температури приміщення (суттєво впливає різниця температури у 3 °С), температура досліджуваного продукту (оптимальною температурою під час визначення запаху є 37 ... 38 °С; під час зниження температури інтенсивність запахів також знижується).

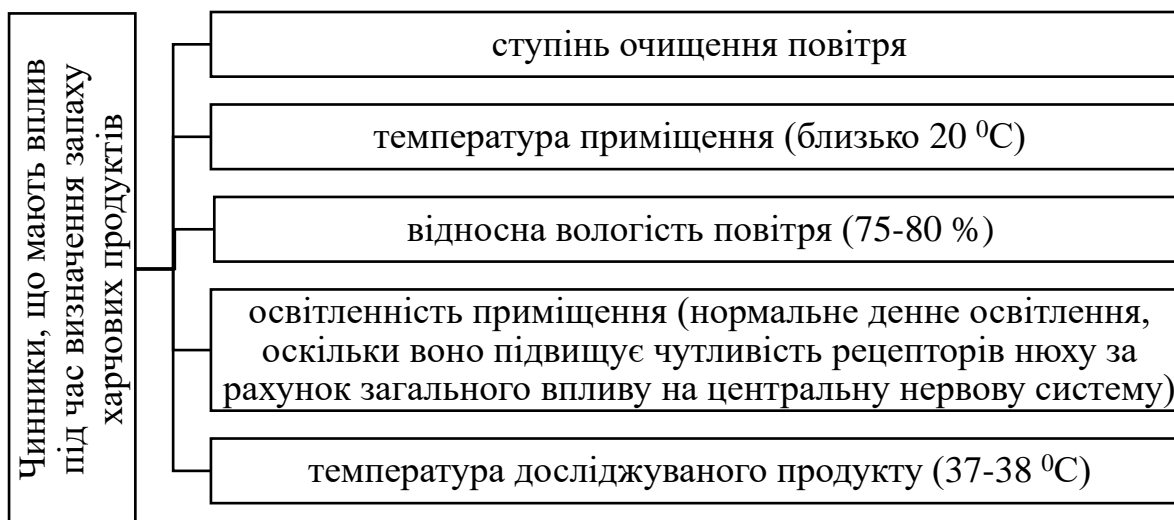


Рисунок 2.8 – Оптимальні умови під час визначення запахів та чинники, які на них впливають

Рецепторам нюху, як і рецепторам смаку, властива адаптація й втома. Відчуття запаху під час тривалого впливу пахучих речовин сильно зменшується, а іноді й припиняється (наприклад, запах диму в напаленій кімнаті). Адаптація пояснюється тимчасовим блокуванням провідних шляхів нюху в результаті багаторазової дії однойменного подразника й завжди проявляється у разі тривалого впливу на орган нюху. Тривалість адаптації залежить також від виду запаху: одні запахи зникають швидко, інші – повільно.

У разі тривалого впливу різних імпульсів, що виникли під час подразнення рецепторів нюху, або за високої інтенсивності імпульсу зовнішнього подразнення настає втома органу нюху. Втома пояснюється занадто повільною регенерацією функціональних властивостей органу нюху. Втома зменшується під час виключення з певних зразків запахів з високою інтенсивністю.

Щоб уникнути помилки у визначенні запахів, необхідно дотримуватися правил (рис. 2.9).



Рисунок 2.9 – Правила визначення запахів (за Д. Тільгнером)

2.3.3. Смакові відчуття та їх визначення

Смак – відчуття, що виникає в результаті взаємодії смакового стимулу з рецепторами, відображає властивості стимулу та фізіологічні особливості індивіда.

Поняття «смак» у звичайному побуті охоплює набагато більший комплекс відчуттів, ніж він означає насправді. Істинно смаковим відчуттям вважається відчуття, яке сприймається рецепторами смаку. Рецепторами смаку є смакові бруньки або смакові цибулини, під час подразнення яких у людини виникає відчуття смаку. Рецептори смаку розташовані в товщі епітелію слизової оболонки ротової порожнини й перебувають під шаром, що складається з декількох рядів плоских клітин. Безпосередньо під цибулиною плоскі клітини утворюють короткі протоки або смакові поля, через які смакові цибулини виходять на поверхню. Кількість смакових клітин у людини значна й досягає 9 тис. Розташовані смакові цибулини на смакових сосочках.

Смакове поле людини досить велике й охоплює не лише поверхню язика, але й верхнього піднебіння, надгортанника й навіть мигдалин. На язиці смакові сосочки розташовані нерівномірно (рис. 2.10): найбільше сосочків розташовано на кінчику язика і сприймають вони найкраще солодкий смак. Гіркий смак сприймається набагато краще сосочками, розташованими в основі язика, а кислий і солоний – визначається сосочками, розташованими на бокових кромках язика. Причому кислий розташований ближче до основи, а солоний – ближче до кінчика язика. У більшості людей їх більше на лівій стороні язика й менше на правій. Центральна площа поверхні язика має мало смакових сосочків, тому вона гірше сприймає різні смаки.



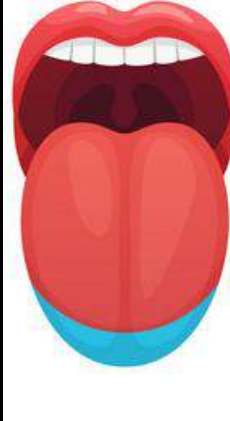
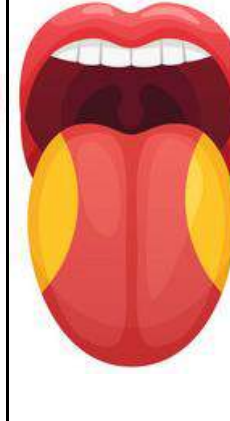

Умамі	Солодкий	Солоний	Кислий	Гіркий
				
Еталон				
Смак білкових речовин	Сахароза	Хлористий натрій	Винна кислота	Кофеїн

Рисунок 2.10 – Диференціювання смакових відчуттів, які сприймаються язиком людини

Смакові сосочки специфічні: частина їх реагує на один вид відчуття, частина на 2–3, досить мала кількість реагує на всі чотири види відчуття.

Смакові відчуття, що виникають у процесі випробування більшості продуктів, складніші й не вичерпуються тільки істинно смаковими відчуттями. Пояснюється це тим, що в ротовій порожнині, крім рецепторів смаку, є цілий ряд інших: тактильних (рецепторів дотику, тиску, болю), теплових. У зв'язку з тим, що ротова порожнина з'єднана з порожниною носа, під час випробування продукту виникають також нюхові відчуття. Їжа у процесі випробування продукту впливає на всі рецептори, що розміщені в ротовій порожнині, і викликає в них нервове збудження, яке передається різними провідними системами у кору головного мозку. Кора головного мозку одночасно сприймає імпульси різних рецепторів: смаку, рецепторів нюху, рецепторів дотику, теплових рецепторів. У результаті всебічного аналізу вони перетворюються на відчуття, відоме за назвою флейвор (смачність).

Флейвор (смачність) – це комплексне відчуття в порожнині рота, викликане під час випробування їжі в ротовій порожнині смаком, запахом і текстурою харчового продукту; смачність не смак, він є лише складовою частиною смачності продукту.

Смак продукту є найважливішою складовою частиною смачності й багато в чому визначає його споживчі властивості. Смачність харчових продуктів як показник якості товару є обов'язковою складовою частиною в оцінці якості переважної більшості харчових продуктів. За смачністю (у стандартах замість «смачності» застосовують термін «смак» продуктів) часто судять про якість харчових продуктів та його зміну під час зберігання.

Механізм сприйняття смакового відчуття та умови визначення смаку харчових продуктів. Для визначення смаку необхідно, щоб речовина була розчинена. Розчиняється вона у слині, що рясно виділяється під час вживання їжі. Слина має величезне значення у смакових відчуттях: вона знижує концентрацію речовини під час випробування їжі; змиває залишки смакової речовини й тим самим ніби вивільнює сосочки для сприйняття наступних подразників. Кількість продукту, необхідного для повного відчуття смаку, повинна бути достатньою: для рідких продуктів – 10–15 мл; для твердих продуктів – 10–20 г.

Для більш повного визначення смаку продукт необхідно розподілити рівномірно на всій поверхні язика. І в цьому величезне значення має язик, який сприяє більш рівномірному розподілу продукту по всьому смаковому полю людини.

Механізм сприйняття смакових відчуттів є складним і недостатньо ще вивчений. У загальному вигляді вважається, що під дією подразника в смакових клітинах виникає біострум, що викликає нервовий імпульс. Нервовий імпульс по нервових волокнах провідної системи передається в «смаковий центр» кори головного мозку. У процесі випробування їжі подразнення виникають одночасно в декількох клітинах і не тільки в рецепторах смаку, але й дотику, нюху тощо. Тому що інформація, виникає, може бути різноманітною й свідчити про кислий, солодкий, солоний, гіркий смак їжі; тверду або м'яку їжу; холодну або гарячу та ін. Вищезазначене лише схематично розкриває механізм смакових відчуттів. У дійсності цей механізм набагато складніший.

Загальновизнаної теорії смаку немає, оскільки механізм функціонування клітин органу смаку недостатньо вивчений. Існують гіпотези (теорії смаку), засновані на фізико-хімічних, хімічних і ферментативних передумовах (табл. 2.3).

Таблиця 2.3 – Теорії смаку

Теорія смаку	Механізм смакових відчуттів
Хімічна теорія	смакове відчуття – це нервовий імпульс смакових волокон, що виникає в результаті розпаду специфічних протеїнових речовин, які містяться у смакових клітинах
Фізико-хімічна теорія	виникнення смакових відчуттів пов'язане з адсорбцією смакових речовин і появою різниці потенціалів між протоплазмою клітин смакового органу й навколишнім середовищем
Ферментативна теорія	виникнення смакових відчуттів, що пов'язане із впливом смакових речовин на ферментативні процеси, що виникають у рецепторах смаку

Встановлено деякі залежності між хімічною природою смакової речовини й відчуттям смаку, яке вона чинить. Так, речовини різної будови можуть мати однаковий смак і навпаки, – речовини однакової хімічної природи мають різний смак. Солодким відчувається не тільки цукор, але й багато амінокислот, сахарин. З рослинної сировини виділено білок туаматін, який складається з 207 амінокислот і у 8 000 разів солодший за сахарозу.

Типи смаків та їхня взаємодія. В аналітичній термінології виділяють чотири основних видів смаку: *кислий, солодкий, гіркий, солоний, умамї* (рис. 2.10). Інші смакові відчуття виникають або в результаті змішування основних смаків, або впливу інших рецепторів, це називається **присмаком**.

Солодкий смак. Збудники солодкого смаку по своїй природі досить різноманітні. До них належать: цукор, багатоатомні спирти, деякі глюкозиди, амінокислоти. *Еталоном солодкого смаку слугує сахароза*. Речовини з інтенсивним солодким смаком (сахарин, аспартам, цикламат) використовуються як замітники цукру, а за підвищеної масової частки мають гіркий смак.

Солоний смак. Солоним смаком у чистому вигляді володіє тільки *хлористий натрій*, який і є *еталоном солоного смаку*.

Якість солоного смаку здебільшого визначається аніоном, а смакові якості продуктів – катіоном, які утворюються під час дисоціації солі у воді.

Найбільш близькі до солоного смаку хлористий літій і бромистий натрій. Інші органічні й неорганічні солі викликають нечисте відчуття солоного смаку. Так, під час концентрації хлориду натрію 0,009 моль/л розчин смаку немає, у межах 0,01–0,03 моль/л розчини мають солодкий смак різної інтенсивності; 0,04 моль/л і вище – солоний. У разі концентрації хлориду калію 0,009–0,02 моль/л розчини мають солодкий смак; при 0,03–0,04 моль/л – гіркий; при 0,05–0,1 моль/л – гіркий і солоний, а починаючи з 0,2 моль/л і вище – солоний, гіркий і кислий. Йодид калію має гіркий смак, бромід калію – солоно-гіркий, хлорид кальцію – гіркий.

Інтенсивність органолептичного відчуття кухонної солі в рибі в межах 0,4–1 % нижче, ніж у розчині відповідної концентрації.

Кислий смак. Викликається дією мінеральних та органічних кислот і визначається наявністю іонів водню (H^+). Кислий смак різних кислот різний. Інтенсивність кислого смаку основних кислот зменшується в такому порядку: соляна, молочна, яблучна, винна, оцтова, лимонна. *Еталоном кислого смаку слугує винна кислота.*

Гіркий смак. Викликається різними речовинами: глюкозидами, алкалоїдами, солями калію, кальцію, магнію тощо. *Еталоном гіркового смаку слугує смак кофеїну й хлористоводного хініну.* Гіркий смак мають більшість мінеральних солей, більшість нітросполук, деякі амінокислоти, пептиди, фенольні компоненти диму і копченостей.

Уамі – смак білкових речовин, так званий «п'ятий смак». Відчуття «уамі» створюють розчинні амінокислоти та їхні аніони – глутамат (харчова добавка групи Е 600-Е 699) та ін. Уамі є важливим компонентом смаку таких сирів, як пармезан та рокфор, соєвого соусу та іншої їжі, а також таких неферментованих продуктів, як волоські горіхи, цвітна капуста, помідори, гриби, м'ясо після термічної обробки.

Крім основних смаків, виділяють ще: смак води, лужний смак, терпкий смак.

Не всі визнають смак води й про це відчуття можна сперечатися, але твердо встановлено, що в ротовій порожнині є окремі спеціальні рецептори, що реагують лише на смак води, і збудження в них виникає тільки під тиском такого подразника, як вода.

Лужний смак виникає від хімічного подразнення слизової оболонки у ротовій порожнині і не обумовлений специфічними смаковими рецепторами. Типовим стимулом для відчуття лужного смаку є водний розчин бікарбонату натрію.

Стимулом для відчуття терпкого смаку є розчинні таніни. Терпкий смак незрілих плодів, терпкого вина, терну спричиняється коагуляцією білка під дією дубильних речовин, що містяться в цих продуктах.

Розрізняють смаковий різновид у результаті змішування основних смаків, а також під дією подразників, що виникають під дією тактильних, болючих та інших рецепторів ротової порожнини й рецепторів сфери нюху: борошністий смак, освіжаючий смак, пекучий, гострий, маслянистий. Пекучий смак спирту викликається болючим подразненням під дією спирту. Гострий смак цибулі викликає подразнення ефірних олій і глюкозидів цибулі на рецептори нюху. Освіжаючий смак м'ятних коржів, м'ятної карамелі – в результаті зниження температури в ротовій порожнині під час випарування ментолу. Колючий смак води виникає під дією тиску пухирців вуглекислого газу, що міститься у воді. Маслянистий і борошністий смаки виникають у результаті подразнення рецепторів дотику.

Порогові концентрації сполук у водних розчинах і продуктах не збігаються, і це треба враховувати у технологічних розробках. Одні речовини можуть маскувати або, навпаки, посилювати смакові відчуття інших компонентів їжі. Змішування основних типів смаків, а також зміна їх інтенсивності можуть викликати складні комплексні явища, такі як суперництво смаків, компенсація смаків, зникнення повторного смаку, контрастний смак та інші сенсорні відчуття. Під час змішування основних типів смаків відбуваються складні процеси суперництва смаків, які полягають у:

- ослабленні або посиленні основного смаку;
- маскуванні смаку;
- зникненні смаку;
- компенсації смаку;
- явищі смакових контрастів;
- виникненні вторинних смаків.

Маскування смаку використовується під час виробництва харчових продуктів та приготування їжі: до продукту додають речовини, що поліпшують запах і смак готових виробів, а найчастіше маскують гнітючий неприємний смак деяких складових частин продукту.

Зникнення смаку також відбувається за одночасної дії смакових імпульсів різної інтенсивності, у результаті чого більш слабкий імпульс смаку зникає зовсім, тобто не уловлюється. На цьому явищі засноване маскування смаку.

Компенсація смаків спостерігається при одночасній дії різних смакових імпульсів і буває позитивною або негативною. Позитивна компенсація характеризується посиленням основного смаку, а негативна – його ослабленням.

Явище смакового контрасту полягає в різкій зміні якості смакового відчуття. Зустрічається також і вторинний смаковий контраст, причому смаковий контраст зустрічається частіше й має велике значення під час оцінки. Він може бути джерелом помилок у сенсорних випробуваннях. Наприклад, смак дистильованої води після солоного відчуття сприймається як солодкий; кислий смак здається більш кислим і навіть неприємним, якщо йому передувало відчуття солодкого. Явище смакового контрасту може спотворити результати оцінок витриманих вин, якщо перед ними дегустувати солодші. З цієї ж причини не можна оцінювати малосольні продукти після міцно- або середньосолоних.

Смаковий контраст необхідно враховувати під час визначення порядку подачі проб на дегустацію. На явищі смакового контрасту базується правило: за оцінки якості солоних продуктів спочатку аналізують малосольні вироби, а тільки потім вироби міцного засолу; спочатку визначається якість білих вин, а потім червоних, вин сухих, а потім солодких.

Вторинний або залишковий смак з'являється після випробування продукту, зберігається деякий час і відрізняється від характерного смаку. Вторинний смак зазвичай знижує споживчу цінність продукту. Поява довготривалого гіркого вторинного смаку є характерною під час згіркнення жирів.

Смакові ілюзії – наприклад, після випробування артишоку чиста вода відчувається солодкою.

Смакова гармонія характеризує бажаність відчуттів, пов'язаних зі сполученням різних смаків. Добре гармоніюють солодкий і кислий, солоний і солодкий, складніше отримати гармонію гіркого та солодкого, майже неможливо поєднувати гіркий і солоний, а також гіркий і кислий смаки. Смакова гармонія розвивається у процесі дозрівання вин, консервів. Знання технології, законів органолептики та досвід роботи з харчовими продуктами сприяють створенню смакової гармонії.

2.3.4. Відчуття дотику (тактильні відчуття) у сенсорному аналізі товарів

Дотик, або сприйняття шкірою механічних подразників, можна подати у вигляді дотику, тиску (натиску) і вібрації. За характером роздратування дотик – це нестійка деформація, тиск – статична, вібрація – пульсуюча деформація.

Рецептори, що реагують на дотик, глибокий дотик, температуру, рясно розміщені в ротовій порожнині (переважно на кінчику язика і яснах), на подушечках пальців, долонях. На поверхні шкіри і слизовій оболонці ротової порожнини та носа розташовано близько 500 тис. рецепторів. Найбільшу кількість тактильних точок розміщено на кінчиках пальців, нижній губі, кінчику язика. Найбільш щільно рецептори дотику розташовані на долонях, причому встановлено, що рівень сприйняття дотику для обох рук різний: він значно вище для лівої руки.

Властивістю рецепторів, що відповідають за сприйняття відчуття дотику, є те, що вони не згруповані, не утворюють органів чуття, а розкидані по всьому тілу.

Під час механічного впливу на рецептори за допомогою дотику або тиску відбувається деформація шкіри або слизових оболонок ротової порожнини. Енергія деформації передається до нервових закінчень рецептора, де механічна енергія перетворюється в електричні сигнали, які потім передаються до відповідних ділянок головного мозку.

До комплексу дотикових рецепторів під час дослідження товарів належать:

- механорецептори, які сприймають відчуття тиску, дотику, вібрації, лоскотання;

- терморецептори, рецептори, які реагують на зниження температури – холодіві, на підвищення – теплові; теплові рецептори реагують максимально в інтервалі температур від +34 до +48 °С, а холодіві від +33 до +15 °С; температурній чутливості притаманна добре виражена адаптація і температурний контраст;

- ноцірецептори: 1-й тип – які реагують на сильні механічні подразнення (укол, удар, ляпанець) і не реагують на зміну температури; 2-й тип – які реагують на зміну температури і не реагують на механічні подразнення; збуджуються за температури більше +42 °С або менше +10 °С; теплові ноцірецептори збуджуються також сильними механічними подразненнями.

Дотик поділяється на три основні види шкірної чутливості: тактильну, теплову та больову. Тактильна чутливість вбирає такі відчуття: тиск, дотик та м'язово-суглобні відчуття. Теплова чутливість вбирає відчуття холоду і тепла, а больова – відчуття болю, який розподіляється на біль колючий, пекучий, зуд і дискомфорт.

В органолептиці відчуття дотику є найбільш важливим. Дотикові або тактильні відчуття (від лат. *tactilus* – дотиковий) відіграють важливу роль для оцінки якості товарів:

- температури;

- форми і площі;

- консистенції;

- щільності (властивість опору продукту, що виникає під час натиску);

- еластичності (здатність товару повертати первісну форму після припинення натиску, що не перевищує критичної величини (межі еластичності), наприклад, еластичність тканин м'ясних і рибних продуктів; еластичність гуми);

- пружності (характеристика текстури, обумовлена швидкістю і ступенем відновлення початкових розмірів продукту після припинення деформуючого впливу);

- липкості (здатність текстури, обумовлена зусиллям, необхідним для подолання сили тяжіння між поверхнею товару та органом людини (руками, язиком, піднебінням, зубами);
- пластичності (властивість текстури не руйнуватися у процесі і після припинення деформуючого впливу);
- крихкості (властивість текстури руйнуватися за невеликих різких деформацій);
- ступеня подрібнення (ступінь помелу борошна);
- в'янення (наприклад, свіжих фруктів та овочів);
- наявності сторонніх включень;
- ряд інших показників.

Здатність до дотику залежить від зовнішніх чинників та індивідуальних особливостей спеціаліста. За мінусової температури дотикова сприйнятливість рецепторів знижується. З віком дотик людини зазвичай слабшає, але меншою мірою порівняно з іншими органами чуття.

Крім показника порогу дотику, чутливість до дотику оцінюється також величиною «порогу відстані», тобто мінімальною відстанню між двома предметами, які одночасно торкаються до шкіри, при якому з'являється відчуття, що до шкіри в цей момент торкаються саме два предмети.

2.3.5. Слухові відчуття

Орган слуху людини для оцінки якості харчових продуктів використовується значно рідше порівняно з іншими органами чуття. Але все-таки слух відіграє значну роль у житті людини, а в окремих випадках він підсилює враження, які одержуємо за допомогою інших органів чуття. За допомогою слуху оцінюємо якість товарів, наприклад: стиглість кавуна, хруст чіпсів та ін.

Хруст – відчуття, що виникає під час розжовування продуктів, які мають кристалічну структуру (цукор, мінеральні домішки) або певну твердість (фрукти, овочі, шоколад).

У табл. 2.4 узагальнено показники якості продукту, що визначають у порожнині рота.

Таблиця 2.4 – Показники якості продукту,
що визначають у порожнині рота

Показник	Характеристика показника
Соковитість	враження, вироблене соками продукту під час розжовування (наприклад, продукт соковитий, малосоковитий, сухуватий, сухий)
Однорідність	відчуття дотику, вироблене розмірами частинок продукту (однорідність шоколадної маси, цукеркових начинок)
Консистенція	дотик, що сприймає густоту, клейкість продукту, силу натиску; відчувається під час розподілу продукту на язичці; консистенція твердих продуктів (тверда, крихка, груба, хрумка, борошніста, суха); м'яких продуктів (ніжна, пластична, еластична, піниста, однорідна); напіврідких продуктів (густа, пастоподібна, загусла, однорідна)
Волокнистість	враження, яке викликається волокнами, які надають опір під час розжовування продукту, яке можна відчувати якісно і кількісно (наприклад, м'ясо з тонкими волокнами)
Крихкість	властивість твердого продукту кришитися під час розкусування і розжовування, обумовлене слабким ступенем зчеплення між частинками
Ніжність	умовний термін, оцінюється як опір, який чинить продукт під час розжовування (наприклад, м'яке яблуко, хрусткий огірок, ніжне м'ясо)
Терпкість	відчуття дотику, викликане тим, що внутрішня поверхня порожнини рота стягується і за цих обставин з'являється сухість у роті
Смак	відчуття, що виникає у разі збудження рецепторів і визначається як якісно (солодкий, солоний, кислий, гіркий), так і кількісно (інтенсивність смаку)
Флейвор (смачність)	комплексне відчуття смаку, запаху і дотику під час розподілу продукту в порожнині рота – визначається якісно і кількісно
Текстура	мікроструктура харчового продукту, тобто система взаємного розташування його структурних елементів, що органолептично характеризується комплексом зорових, слухових, дотикових відчуттів, які виникають під час розжовування продукту; текстура буває твердою, пружною, волокнистою, пористою, шаруватою, м'якою, жорсткою, ніжною, тендітною, клейкою, липкою та ін.

Останнім часом до загальновідомих відчуттів – нюху, смаку, зору, дотику, слуху, умамі – додають ще шостий вид відчуття – *кінестезис* (чутливість до тиску й зсуву певних рецепторів у м'язах і суглобах).

Кінестетичне відчуття використовується в оціночній діяльності фахівців хлібопечення, сироваріння й ін.

Питання для самоконтролю

1. За класифікацією Крокера і Гендерсона всі запахи зведені в чотири основні групи. Якого запаху не існує відповідно до цієї класифікації:

- а) квітковий;
- б) кислотний (оцтова кислота);
- в) запах гару;
- г) каприловий;
- д) мускусний.

2. Приємний запах, що розвивається і формується під впливом складних процесів, що відбуваються під час дозрівання, бродіння і ферментації, – це:

- а) запах;
- б) аромат;
- в) букет;
- г) флейвор.

3. Вкажіть зону чутливості язика, яка сприймає солодкий смак:

- а) кінчик язика;
- б) основа;
- в) бічні частини;
- г) усі зони чутливості язика.

4. Кислий смак їжі сприймають рецептори, що розташовані:

- а) на кінчику язика;
- б) по краях язика;
- в) на верхівці;
- г) на бічній частині.

5. Що не є еталоном кислого смаку:

- а) лимонна кислота;
- б) оцтова кислота;
- в) винна кислота;
- г) щавлева кислота.

6. Еталон гіркового смаку:

- а) перець;
- б) гірчиця;
- в) кофеїн;
- г) спирт.

7. Еталон солоного смаку:

- а) хлористий натрій;
- б) хлористий калій;
- в) хлористий бром;
- г) сіль адіпінової кислоти.

8. Комплексне відчуття, що виникає під час випробування їжі в ротовій порожнині, – це:

- а) смак;
- б) смачність;
- в) акомодація;
- г) емболія.

9. Що таке умами:

- а) смак м'яса;
- б) глутамат натрію;
- в) «п'ятий смак»;
- г) усі відповіді правильні.

10. Період часу від моменту впливу смакового імпульсу до моменту виявлення кислого відчуття:

- а) 0,13–0,3 с;
- б) 0,22–2,2 с;
- в) 0,1–0,6 с;
- г) 0,5–1,2 с.

Тема 3. Сенсорні методи оцінки якості товарів

3.1. Класифікація методів сенсорного аналізу

Сенсорні методи оцінки якості товарів, відповідно до загальноприйнятої міжнародної класифікації, поділяють на *аналітичні* (в основі лежить шкала інтенсивності імпульсу) та *споживчі* (в основі лежить шкала бажаності) (рис. 3.1).

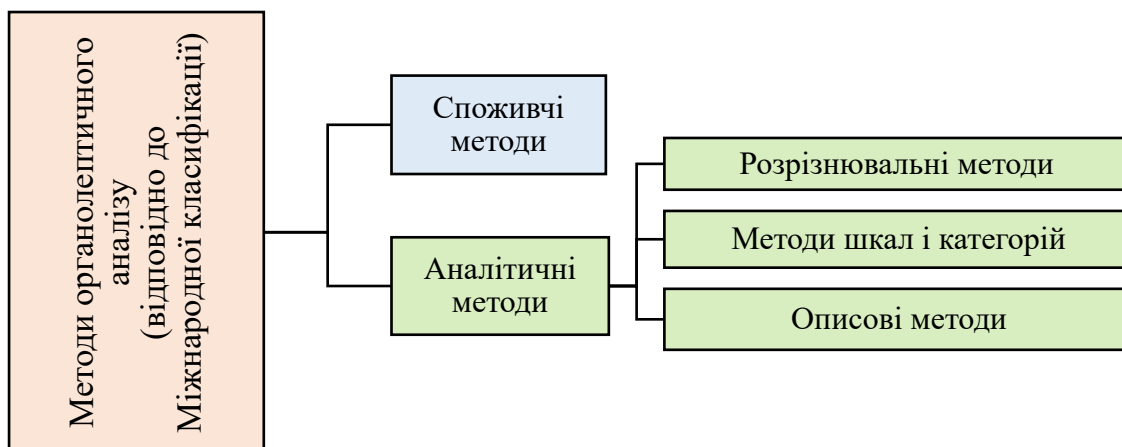


Рисунок 3.1 – Міжнародна класифікація методів органолептичного аналізу

Для проведення споживчої оцінки якості товарів до складу дегустаційних комісій, крім спеціалістів, можуть залучатися споживачі.

Для проведення сенсорних оцінок якості товарів з використанням аналітичних методів до складу дегустаційних комісій входять лише кваліфіковані спеціалісти.

3.2. Аналітичні методи сенсорного аналізу

Аналітичні методи сенсорного аналізу засновані на якісній та кількісній оцінці показників якості і дозволяють встановити кореляцію між окремими ознаками. До аналітичних відносять три групи методів: розрізнявальні, методи шкал і категорій та описові (рис. 3.1).

Для проведення органолептичних оцінок з використанням цих методів до складу дегустаційних комісій (на відміну від споживчих методів) входять лише кваліфіковані спеціалісти, які повинні мати високу сенсорну чутливість до смаків, запахів, текстур тощо; повинні бути правильно відібрані та навчені.

Як показує практика, отримані результати оцінок достатньо надійні, а кількість помилок незначна.

3.2.1. Розрізнявальні методи (методи розходження) сенсорної оцінки

За допомогою розрізнявальних методів (методів розходження) вивчають вплив сировини, рецептури, зміни технологічних параметрів, умов зберігання на сенсорні показники якості.

Виділяють *якісні і кількісні* розрізнявальні методи (рис 3.2). *Якісні* розпізнавальні методи дозволяють відповісти на питання: різниця між оцінюваними зразками існує за одним із показників якості чи за загальним враженням про якість цього товару. Але ці методи не дають відповіді на питання: яка фактична різниця між цими зразками. Кількісно оцінити інтенсивність певної властивості зразків, наявну різницю між зразками дозволяють *кількісні розрізнявальні методи*.

Такі методи широко використовують під час перевірки сенсорних здібностей дегустаторів.

Якісні розпізнавальні методи сенсорної оцінки засновані на порівнянні двох подібних зразків, трьох зразків (два з яких ідентичні) або у вигляді проб з п'яти зразків (один зразок повторюється у пробі двічі, інший – тричі) зі слабо вираженими відмінностями. Проби повинні бути закодовані. Імовірність правильної відповіді під час подачі парної проби становить 50 %, у потрійній пробі – 33,3 %. Для забезпечення достовірності результатів проби повторюють кілька разів, причому порядок подачі зразків у комплекті кожен раз змінюють.

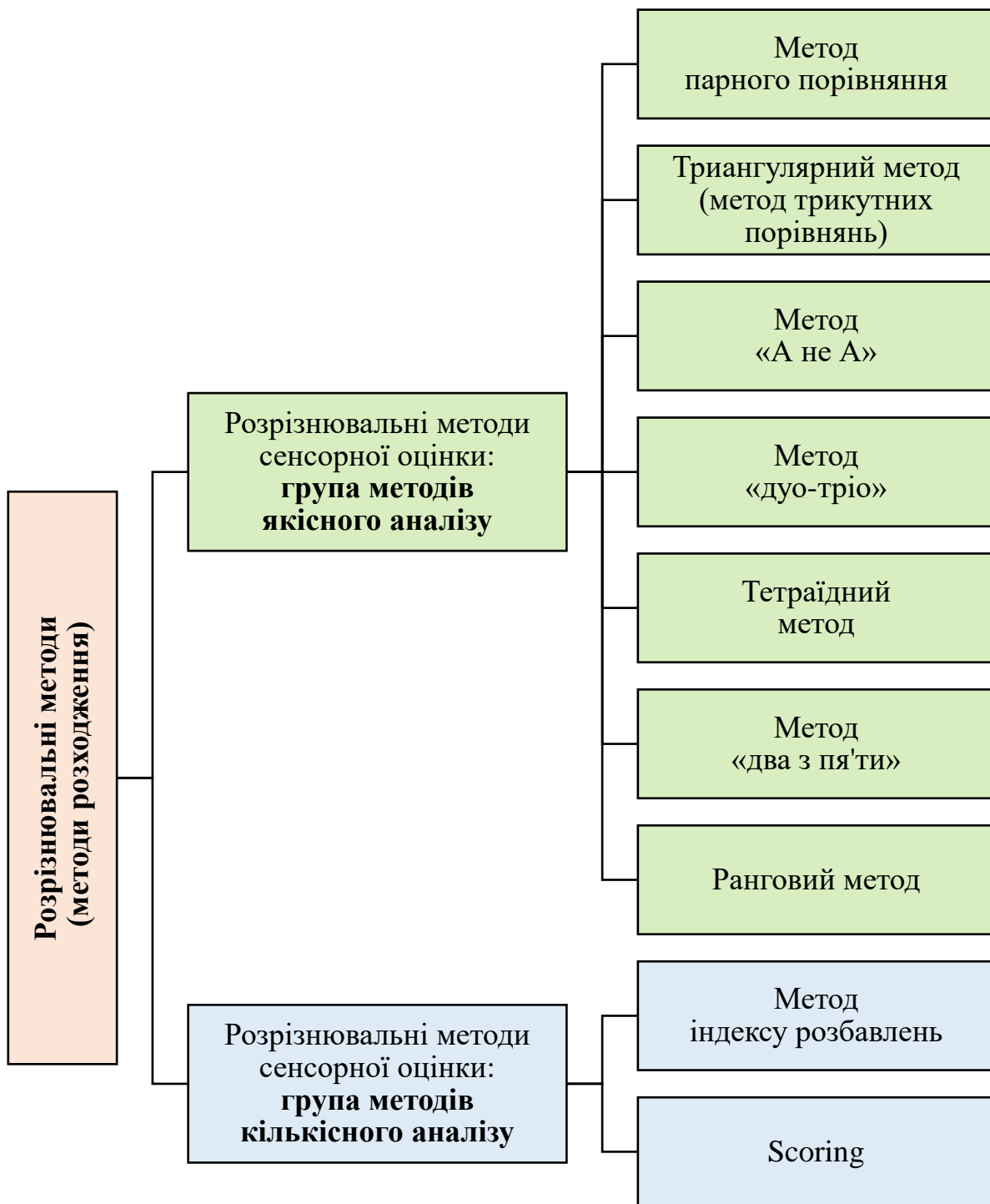


Рисунок 3.2 – Класифікація розрізнявальних методів

Метод парного порівняння регламентовано дією Міжнародного стандарту ISO 5495:2005 Sensory analysis – Methodology – Paired comparison test та його вітчизняного аналога ДСТУ ISO 5495:2005 Дослідження сенсорне. Методологія.

Сутність методу полягає в опробуванні парних зразків на смак і визначенні серед них кращого. Порівняння можна здійснювати за принципом «більше-менше» або «краще-гірше» без уточнення: у скільки разів або на скільки більше чи краще.

Цей метод використовують з метою:

- визначення спрямованих розходжень між двома оцінюваними зразками за визначеною характеристикою (наприклад, менш або більш солодкий);
- визначення переваги між двома оцінюваними зразками (наприклад, у дослідях зі споживачами);
- під час тестування сенсорних здібностей дегустаторів (у комплекті парних проб допускається не більше однієї помилки).

Метод зручно використовувати для з'ясування впливу на якість продукту будь-якого фактора: зміни рецептури, технології виробництва або зберігання, використання нового виду упаковки тощо.

Відповідно до описаної в стандарті методики:

- дегустаторам пропонуються комплекти парних зразків (6–8 закодованих пар);
- пари комплектують зі зразків з невеликими відмінностями;
- у всіх парах пропонуються одні й ті ж проби, але в довільній послідовності, наприклад АБ, БА, БА, АБ тощо; оцінювач визначає в кожній парі зразок з більш високим ступенем виразності ознаки;
- парні проби представляють одночасно або послідовно;
- за один раз можна оцінювати тільки одну властивість (наприклад, ступінь виразності аромату або консистенцію, або іншу властивість);
- якщо потрібно порівняти різні властивості, тест треба повторювати стільки разів, скільки властивостей продукту оцінюється;
- якщо кожний дегустатор робить тільки одне порівняння, то у складі комісії повинно бути 10 дегустаторів, а якщо по два парних порівняння, тоді п'ять дегустаторів;
- висновок комісії буде переконливим, якщо з 10 дегустаторів дев'ять нададуть перевагу певному зразку.

Залежно від мети методу випробувачам можуть бути поставлені питання такого зразка:

- *для визначення спрямованих розходжень: яка із цих двох проб є ...? (солодша, солоніша тощо);* під час застосування цієї методики дегустатор зобов'язаний вказати, який зразок володіє більш вираженими властивостями або кращими, ніж інші, навіть

у тих випадках, коли дегустатор не відчуває різниці, відмінностей немає; це *методика* так званого *вимушеного вибору*;

– для визначення переваги: *якій із цих двох проб ви віддаєте перевагу?*; під час застосування цієї методики дегустаторам дозволяються відповіді: «немає відмінностей», «немає переваг».

Перевагою цього методу є: простота у підготовці та реалізації; не вимагає значної кількості зразків та те, що експерт зосереджує свою увагу не на всіх зразках відразу, а тільки на двох, які порівнюються, що полегшує роботу і сприяє підвищенню її якості.

Недоліком такого методу є ймовірність елемента вгадування правильної відповіді. Достовірність результатів, отриманих методом парних порівнянь, перевіряють за допомогою спеціальних таблиць.

До двопарних методів належить *метод двох еталонів*, який використовується для дослідження запахів харчових продуктів. Ілюстрацією застосування цього методу для стандартних запахів є дослідження впливу хімічних речовин на запах приправ, сумішей прянощів, сушених фруктів та ін.

Сутність методу полягає в тому, що дегустатору спочатку пропонують декілька зразків-еталонів, а потім інші зразки, серед яких необхідно визначити зразки, відповідні до одного чи другого еталону.

Можна виконувати більше 2-х визначень на одному засіданні, якщо після кожного визначення відводити 1 хв на відпочинок. Отримані результати обробляються також як і у парному методі.

Трикутний метод (метод трикутних порівнянь) узаконено у Міжнародному стандарті ISO 4120:2004 Sensory analysis – Methodology – Triangular test та його національному аналогу ДСТУ ISO 4120:2004 Дослідження сенсорне. Методологія. Тристоронній метод випробування.

У зазначеному стандарті розглянуто методики, які дозволяють виявити відмінності у сприйнятті двох продуктів методом трикутника (або потрійного порівняння – в українській редакції стандарту).

Цей метод застосовують для виявлення незначних розходжень між зразками продуктів, які можуть стосуватись усіх характеристик зразків або лише однієї, а також під час відбору

дегустаторів і для контролю ефективності їхньої роботи. Застосування трикутного методу особливо корисне у випадках визначення різниці смачності таких продуктів, як консерви м'ясні й рибні, десертне вино. Метод є кращим у визначенні розходжень зовнішнього вигляду. Метод більш точний й більш складний, ніж метод парних порівнянь, вимагає набагато менше часу порівняно з іншими. Однак вважається більш трудомістким. Метод особливо зручний у випадках, якщо кількість дегустаторів обмежена.

Відповідно до описаної у стандарті методики:

- проби кодують і комплектують у вигляді блоків (наприклад, за схемою: БАБ, ААБ, АБА, АББ, БАА, БАА, БАБ), серед яких дегустаторам необхідно визначити пробу кращу й гіршу або ту, що відрізняється від інших;

- дегустаторам надається одночасно три зразки, два з яких однакові;

- оцінювачу пропонують 3–7 потрійних блоків, серед яких треба визначити ідентичні; (у семи потрійних пробах допускається не більше двох помилок дегустатора);

- при оцінці варто брати в рот однакову кількість проби, щоразу прополіскувати рот і нетривалий час відпочивати;

- мінімальна кількість випробувачів залежить від мети дослідження і прийнятого рівня значущості результатів: для рівня значущості 5,1 % мінімальна кількість випробувачів становить 5 осіб.

Метод «А – не А» (метод одиничних стимулів). Цей метод є прерогативою Міжнародного стандарту ISO 8588:2017 Sensory analysis – Methodology – «А» – «not А» test та його національного аналогу ДСТУ ISO 8588:2005 Дослідження сенсорне. Методологія. Випробування методом «А – не А».

У своїй класичній формі метод «А – не А» – це такий метод, під час виконання якого дегустатору, після того як він навчився розпізнавати зразок «А», надають серію закодованих зразків, які можуть бути «А» або «не А». Випробувача просять визначити, який зразок є зразком «А». Цей метод особливо ефективний, коли неможливо отримати строго підібрані повторні зразки. Рекомендована кількість випробувачів – 20 або 30.

Такий метод використовується в сенсорному аналізі з метою:

– випробувань на розходження, особливо для оцінки зразків, які мають різний зовнішній вигляд (це перешкоджає одержанню строго ідентичних повторних зразків), або таких, які мають різні залишкові присмаки (це ускладнює безпосереднє порівняння);

– випробувань на впізнання, особливо для визначення того, чи може випробувач або група випробувачів ідентифікувати новий стимул порівняно з відомим стимулом (наприклад, розпізнавання солодкого смаку нового підсолоджувача);

– випробувань на сприйняття – для визначення чутливості експерта до конкретного стимулу.

Тетраїдний метод. За такого методу використовують чотири проби, які попарно незначно відрізняються один від одного за органолептичними властивостями. Застосовується під час дослідження відмінностей багатьох видів харчових продуктів. Ефективність цього методу, порівняно з трикутним, вища.

Метод «дуо-тріо». Використання цього розпізнавального методу обумовлено дією Міжнародного стандарту ISO 10399:2017 Sensory analysis – Methodology – Duo-trio test та національного аналогу ДСТУ ISO 10399:2006 Дослідження сенсорне. Методологія. Випробування методом «Дуо-тріо». Зазначені стандарти описують метод для визначення суттєвих розходжень між двома зразками. Ці відмінності можуть бути пов'язані як з однією органолептичною характеристикою, так і з цілим комплексом таких характеристик.

Цей метод не застосовується ні для визначення переваг, ні для оцінки характеру або інтенсивності відмінностей, що сприймаються.

Готується достатня кількість зразків залежно від кількості членів дегустаційної комісії. Усі зразки повинні бути приготовані однаково (однакові температура приготування, посуд, кількість продукту тощо). Контрольні зразки добре відомі випробувачам. Посуд, в якому подаються зразки, повинен бути обов'язково закодованим, зазвичай це число з трьох довільних цифр. Потім формується серія з чотирьох блоків зразків у таких комбінаціях: АкАБ, АкБА, БкАБ, БкБА. У перших двох блоках у серії контрольним

зразком є зразок А, а у двох наступних блоках – Б. Приготовані блоки зразків розподіляються між випробувачами у довільному порядку (одночасно або послідовно). Випробувачам пропонується вибрати зразок, який відрізняється від контрольного. Рекомендована кількість випробувачів 20 і більше.

Метод «два з п'яти». Метод (two-out-of-five test) викладено в ДСТУ ISO 6658:2005 Дослідження сенсорне. Методологія. Загальні настанови. Сучасна версія міжнародного стандарту – це ISO 6658:2017 Sensory analysis – Methodology – General guidance. Метод застосовується для дегустації продуктів зі слабкими відмінностями, а також як навчальний під час підготовки та тренінгу дегустаторів. Здебільшого метод застосовується для визначення зорових, слухових відчуттів і відчуття на дотик.

Стандарт визначає метод «два з п'яти» як **метод розходження**, що охоплює п'ять кодованих зразків, два з яких одного типу («А»), а три – іншого («Б»). Зразки комплектують по п'ять у блоках, кодують і пропонують дегустаторам, наприклад, за схемою АББАБ, БАААБ, АБАББ, ААБАБ, АБАБА, БАБАА. Завдання полягає в тому, щоб диференціювати зразки в кожному блоці, виділивши А і Б (згрупувати два типи зразків). Рекомендована кількість випробувачів – 10 або більше. Якщо кількість випробувачів менше 20, порядок подання треба обирати довільно із наступних 20 варіантів.

Цей метод вважається більш ефективним, ніж описані вище розрізнявальні якісні методи. До його недоліків відносять високу трудомісткість, швидко стомлюваність органів почуттів дегустаторів.

Ранговий метод (метод послідовності). Цей метод рекомендують використовувати:

– під час оцінки якості товарів (виявлення змін окремих ознак серед значної кількості зразків, наприклад, під час дослідження впливу на окрему ознаку якості зміни параметрів процесу виготовлення, рецептури та ін.);

– у тих випадках, коли з декількох досліджуваних однорідних товарів необхідно виділити зразки, що потребують подальшого більш детального дослідження;

– для навчання дегустаторів, зокрема під час випробування їх зорової чутливості.

У процесі використання цього методу дегустатору пропонують безладно подані закодовані проби розташувати в порядку наростання або зниження інтенсивності оцінюваної ознаки. За цих обставин порівнюються тільки ті зразки, що подані на дегустацію, тому дегустатору не потрібно орієнтуватися на нормативні документи або еталони.

Метод простий, аналіз проводиться досить швидко. Але він, як і інші якісні методи, не дає уявлення про величину імпульсу.

Кількісні розпізнавальні методи сенсорної оцінки. Ця група методів дозволяє кількісно оцінити інтенсивність певної властивості продукту. До цієї групи належать методи індексу розбавлення і scoring (рис. 3.2).

Метод індексу розбавлення. Метод полягає в тому, що рідкі продукти піддаються багаторазовому розбавленню до концентрації, за якої окремі досліджувані показники (запах, смак, букет чи флейвор) не уловлюються, тобто інтенсивність стає менша за поріг відчуття і поріг розпізнавання.

Показник (індекс) смаку, запаху, забарвлення тощо виражається числом розбавлень або відсотковим вмістом вихідної речовини в розчині. Наприклад, аромат вишні зникає, якщо сік розбавити водою у співвідношенні 1:30 або 1:40.

Метод рекомендується застосовувати:

– для дослідження властивостей, отриманих під час зміни технології (виробництва, зберігання): один продукт беруть зі зміненою технологією, а другий (стандартний) – виготовлений за традиційною технологією; розведення дозволяє визначити вплив зміни технології на показники якості;

– для дослідження твердих продуктів: для цього в конічну колбу поміщують 30 г речовини, доливають 270 мл підігрітої до 60 °С дистильованої води, після чого колбу закривають щільно кришкою і струшують упродовж 15 хв; отриману суміш фільтрують; фільтрат розбавляють водою до зникнення досліджуваних властивостей продукту.

До засідання комісії варто орієнтовно визначити ступінь можливих розведень.

Scoring (англ. *scoring* підрахунок балів) – метод, який ґрунтується на використанні графічних або словесних шкал.

Дегустатору пропонують два зразки продукту: один з максимально вираженими досліджуваними властивостями, інший – з мінімально вираженими властивостями. Після чого на дегустацію виставляється зразок, що цікавить комісію. Дегустатору необхідно на графічній або словесній шкалах відзначити своє враження про досліджуваний продукт, чиї характеристики невідомі. Графічна шкала – це градуйований відрізок прямої певної довжини, на кінцях якого відзначені граничні значення властивостей продукту (max, min). Під час порівняння властивостей цих двох продуктів з властивостями досліджуваного зразка дегустатор відзначає на шкалі своє враження штрихом або хрестиком, враховуючи відстань від обох кінців відрізка.

3.2.2. Методи шкал і категорій

Органолептичні показники продуктів неможливо виразити у фізичних розмірних величинах. Характеристики смаку, запаху, консистенції та інших сенсорних показників наводять в описовому вигляді. Для того щоб органолептичним методам надати певної об'єктивності, перевести якість у кількість за експертної оцінки використовують безрозмірні шкали: зазвичай в балах, рідше в частках одиниці або відсотках. Найпоширенішим видом кількісної оцінки якості сенсорних показників товарів є бальна оцінка.

Цей метод дозволяє встановити рівень часткової (окремий показник) і загальної якості. Даючи оцінку, дегустатор зіставляє якість продукту з поданням про якість, що зберіглося в пам'яті, тому що використання еталонного продукту не представляється можливим. За допомогою методу бальної оцінки щоразу оцінюють тільки один продукт, визначаючи послідовно окремі показники якості. За умови використання науково обґрунтованої бальної системи і дотримання інших основних вимог метод дозволяє отримувати досить об'єктивні, надійні, добре відтворювані результати.

Сутність бальної оцінки полягає в тому, що кожному органолептичному показнику конкретного товару присвоюється відповідна кількість балів. Поряд із загальною бальною оцінкою для кожного показника розробляється шкала знижок за недоліки (невідповідності), які можуть траплятися в цьому продукті під час

оцінки його якості. У результаті кожен показник одержує певну кількість балів – різницю між максимальною бальною оцінкою і кількістю балів, яку необхідно зняти за встановлений у процесі дегустації недолік. На підставі цієї загальної суми балів встановлюється категорія якості (наприклад, для вин) або товарний сорт продукту (наприклад, для сичужних сирів, вершкового масла).

Прийнято вважати найбільш раціональними балові шкали з обмеженим числом балів. Такі шкали дозволяють забезпечувати однозначність оцінки продукту багатьма дегустаторами.

Для експертної оцінки якості продукції рекомендується використовувати 3, 5, 7, 9, 10, 25, 30, 50 і 100-бальні шкали (табл. 3.1). Наприклад, застосовують 100-бальну оцінку органолептичних показників якості сирів, 20-бальну оцінку якості масла коров'ячого, 10-бальну оцінку якості вин.

Таблиця 3.1 – Приклади балових шкал з непарним числом рівнів якості

Градація	Бали	Якість
<i>Трибальна шкала</i>		
3	3	добра
2	2	задовільна
1	1	погана
<i>П'ятибальна шкала</i>		
5	5	відмінна
4	4	добра
3	3	задовільна
2	2	погана (ледь прийнятна, харчовий неповноцінний продукт)
1	1	дуже погана (неприйнятна, технічний брак)
<i>Дев'ятибальна шкала</i>		
9	9	відмінна
8	8	дуже добра
7	7	добра
6	6	вище середньої
5	5	середня
4	4	нижче середньої
3	3	погана (прийнятна)
2	2	погана (неприйнятна)
1	1	дуже погана (зовсім неприйнятна)

Для роботи дегустаторів найчастіше застосовують 5-бальну шкалу, що передбачає характеристику ознак продукту за п'ятьма якісними рівнями. Така шкала зручна в обігу і може бути використана навіть непрофесійними дегустаторами (табл. 3.2).

Таблиця 3.2 – Стандартна таблиця 5-бальної системи оцінки товарів (за Д. Тільгнером)

Якісні показники	Бальна шкала				
	5	4	3	2	1
Загальний вигляд	дуже добрий	добрий	середній	малопривабливий	неапетитний
<i>Колір</i>					
Інтенсивність	дуже яскраво виражена	яскраво виражена	середня	слабка	дуже слабка
Бажаність	висока	середня	нейтральна	середньо-небажана	високо-небажана
Форма	високо-бажана	середньо-бажана	нейтральна	середньо-небажана	високо-небажана
<i>Запах</i>					
Інтенсивність	дуже яскраво виражена	яскраво виражена	слабко виражена	відчутна	невідчутна
Бажаність	високо-бажана	середньо-бажана	нейтральна	середньо-небажана	високо-небажана
<i>Соковитість</i>					
Інтенсивність	дуже соковита	соковита	слабко соковита	суха	дуже суха
Бажаність	високо-бажана	бажана	нейтральна	середньо-небажана	високо-небажана
<i>Крихкість і консистенція</i>					
Інтенсивність	дуже крихка	крихка	злегка тверда	тверда	дуже тверда
Бажаність	високо-бажана	бажана	нейтральна	середньо-небажана	високо-небажана
<i>Смачність</i>					
Інтенсивність	дуже яскраво виражена	яскраво виражена	слабко виражена	відчутна	невідчутна
Бажаність	високо-бажана	середньо-бажана	нейтральна	середньо-небажана	високо-небажана

Дегустаційну оцінку виноградних вин чинять за 10-бальною шкалою, яка включає п'ять показників з такими максимальними балами: прозорість і колір – по 0.5, букет – 3.0, смак – 5.0, типовість – 1.0. Співвідношення балів між ознаками, які визначають візуально, і смакоароматичними становить 1:8. Типовість є специфічним показником якості вин, наприклад, для шампанського типовою властивістю є ігристість. Шкала не містить показників, які характеризують упаковку і художнє оформлення товару.

Дегустаційну оцінку якості твердих сирів проводять за 100-бальною шкалою, відповідно до якої смакоароматичним показникам відведено до 45 % загальної кількості балів, консистенції – 25, показникам, які оцінюють візуально, – 30 балів. Сири, які одержали сумарну оцінку нижче ніж 75 балів, а за смаком і запахом нижче ніж 34 бали, визнаються нестандартними і не реалізуються (табл. 3.3).

Таблиця 3.3 – Сенсорна оцінка якості твердих сирів за 100-бальною шкалою

Показники	Розподіл балів в залежності від значимості показників
Зовнішній вигляд	10
Смак і запах	45
Колір	5
Консистенція	25
Малюнок	10
Пакування та маркування	5
Сума балів	100

Кожна бальна система (10, 25, 30 і 100-бальна) розроблена у відповідних галузях харчової промисловості.

У рамках Європейської організації з контролю якості (ЄОКЯ) ведуться наукові розробки уніфікованої бальної системи оцінки органолептичних властивостей продукції. ЄОКЯ пропонує під час розробки систем бальної оцінки дотримуватися таких принципів:

– структура і система бального методу повинні бути доступними для розуміння, щоб оцінки бальної шкали зіставлялися з оцінками споживачів;

– під час розробки описових характеристик необхідно враховувати оцінку продукції споживачами, уникати повторів; показники якості під час оцінки об'єднувати у групи, використовуючи експертні методи групового обговорення;

– розрахунок градацій шкали і коефіцієнтів вагомості одиничних показників проводити з урахуванням думок споживачів;

– позитивні і негативні характеристики показників зіставляти з відповідними точками на шкалі; кожен бал шкали повинен мати чітку описову характеристику ознаки якості;

– сенсорну оцінку бажано доповнювати даними інших методів, наприклад, інструментальних. Але ці виміри не є частиною методу бальної оцінки.

– бали органолептичної оцінки повинні мати такий вираз, щоб їх можна було використати для статистичної обробки.

Розрізняють основні типи шкал (рис. 3.3). Для сенсорного аналізу частіше використовуються інтервальні шкали, які відрізняються:

- за кількістю балів;
- діапазоном якості досліджуваного продукту;
- способом присвоєння балів;
- словесною характеристикою кожного рівня якості;
- відповідним певним числом балів;
- способом загальної оцінки продукту;
- наявністю або відсутністю коефіцієнта значимості окремих показників.

У світовій практиці сенсорного аналізу відомі різні *принципи побудови бальних шкал*:

- встановлення загальної максимальної оцінки товару в балах;
- встановлення основних ознак якості;
- надання кожній ознаці якості певного коефіцієнта значення;
- встановлення шкали знижки від ідеального зразка;
- визначення кількості щаблів якості, відповідно до яких встановлюється доброякісність товару або його сутність;
- встановлення обмежувального балу, нижче якого товар вважається недоброякісним.

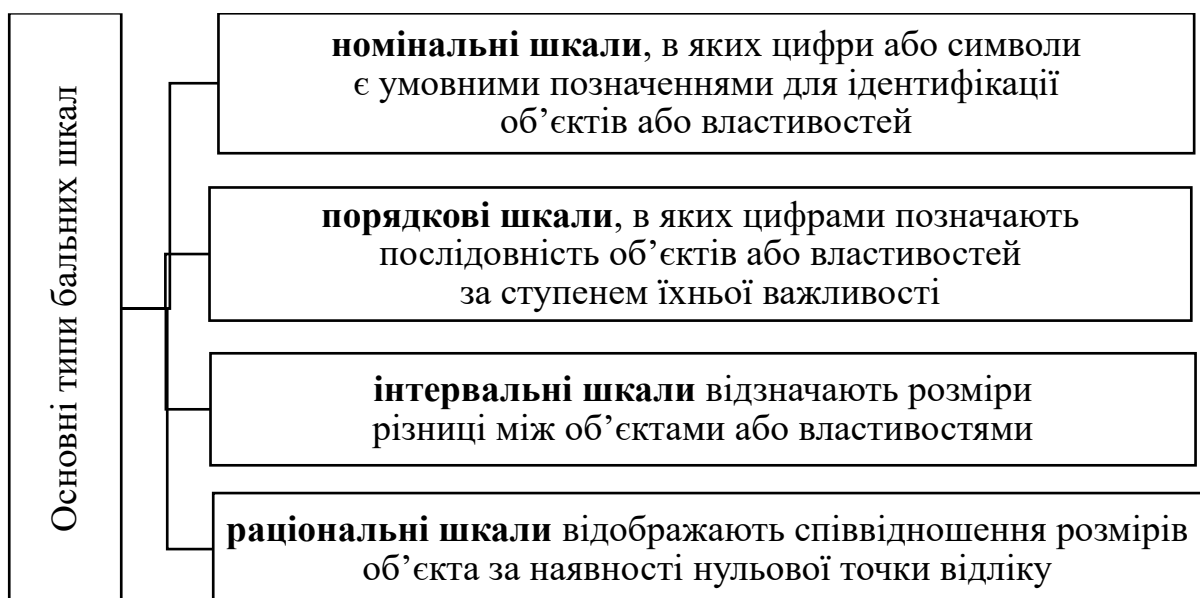


Рисунок 3.3 – Основні типи шкал, які використовуються у сенсорному аналізі

Коефіцієнт вагомості (значимості) відображає значення надане окремим показникам для оцінки загальної якості, що дозволяє диференціювати значимість окремих факторів якості (табл. 3.4). Коефіцієнт може бути розрахований кількома способами: надання переваги і ранжирування. Вибір коефіцієнта значимості здійснюється на розсуд осіб, які відповідають за контроль якості. Цей вибір коефіцієнта довільний.

Таблиця 3.4 – Приклади коефіцієнтів вагомості (значимості)

Показники якості	Коефіцієнти вагомості (значимості)					
	М'ясні консерви	Ковбасні вироби	Макаронні вироби	Соки	Вина	Горілка
Зовнішній вигляд		1	2			1
Форма		1	2			
Однорідність фаршу		2				
Колір	2	3	2	3	2	1
Консистенція		2	3			1,5
Запах	2	2	1	5	3	1
Смак	3	5	2	8	4	5,5
Типовість				1	1	
Кількість показників	3	7	5	4	4	5

Частково усунути суб'єктивність у виборі цих коефіцієнтів можна, використовуючи експертні методи їхнього встановлення.

Спосіб надання переваги полягає у тому, що експерт-дегустатор повинен розмістити всі показники якості в порядку надання переваги.

За способом ранжирування експерти нумерують усі показники якості продукту в порядку зростання або спадання ознаки якості. Потім сумують усі числа за кожним з показників і коефіцієнти значимості розраховують як відношення цієї суми до загальної суми чисел, наданих усіма експертами за всіма показниками якості.

3.2.3. Описові методи

Описові методи ґрунтуються на словесному описі органолептичних властивостей продукту. Опис органолептичних показників наводиться у всіх стандартах та інших нормативних матеріалах, які установлюють вимоги до якості продовольчої сировини, харчових і смакових продуктів, широко використовуються під час ідентифікації харчових продуктів – однієї з найвідповідальніших процедур у товарознавчій експертизі і сертифікації. Описові методи дозволяють описати якість продукту (профільний метод) і визначити величини розходжень між зразками.

Ці методи застосовують до одного або більше зразків для характеристики в якісному та кількісному відношенні однієї або більше сенсорних ознак. Класифікують їх згідно з ДСТУ ISO 6658:2005: звичайні описові методи; кількісні описові методи та методи сенсорного профілю. Потрібно зазначити, що в задачу описових методів входить використання точної термінології, яка не допускає різночитань.

Використання описових методів вимагає залучення до сенсорної оцінки добре підготовлених груп фахівців. У методології сенсорного аналізу описові методи є найбільш важливими. За допомогою цих методів можна підсумувати параметри, що визначають властивості продукту, розглядати інтенсивність цих властивостей, а в деяких випадках і порядок прояви окремих складових властивостей продукту, тобто побудувати профілі властивостей (наприклад, профілі смаку, запаху, консистенції продукту).

Зміна продукту може відбуватися досить повільно, майже невлучимо в зв'язку з поступовою зміною складу і властивостей сировини, введенням харчових добавок. Тільки тоді, коли розроблена детальна характеристика продукту й описані властивості за інтенсивністю їх прояву, можна розпізнати дійсні відмінності (*дрейф*) продукту.

За кордоном проблема дрейфу харчових продуктів є предметом особливої турботи. Дрейф продукту може проявитися, наприклад, у такій ситуації. Невелика модифікація рецептури або режимів виготовлення не внесли суттєвих змін у якість продукту порівняно з початковим (першим) продуктом. Наступні зміни технологічних параметрів також не дали помітних відмінностей у якості нового продукту (третього) порівняно з попереднім (другим), проте третій продукт може відрізнитися за якістю від першого (початкового) і, звичайно, в бік погіршення.

Щоб уникнути дрейфу продукту, потрібно детально вивчити його сенсорні властивості й інтенсивність їх прояву. Для такого органолептичного аналізу необхідне застосування описових методів, які здійснює спеціально навчена група фахівців, які розробляють описову термінологію для сенсорних характеристик продукту і нормують їх за інтенсивністю.

Звичайний описовий метод (*simple description test*) – це метод для одержання якісного опису окремих властивостей, які входять до складу загальної характеристики зразка. Цей метод рекомендується застосувати для:

- ідентифікації і описування властивостей певного зразка або зразків;
- встановлення послідовності, у якій розрізняють ці властивості;
- для описування розходжень, які були встановлені раніше;
- для навчання випробувачів.

Кількісний описовий метод (*quantitative descriptive tests*) – це дослідження або теоретичний метод оцінювання сенсорних властивостей продукту з використанням термінів, обраних зі словника, складеного раніше за допомогою простих описових методів. Окремі властивості, що входять до складу загальної сенсорної характеристики зразка, оцінюють за шкалою інтенсивності,

а результати використовують для визначення сенсорного профілю продукту. Метод можна використовувати для оцінювання запаху, смаку, зовнішнього вигляду й текстури окремо або в сполученні. Методи рекомендовано використовувати:

- під час розроблення нових продуктів;
- для визначення природи розходження між продуктами;
- для контролю якості;
- для одержання сенсорних даних з метою корегування їх з аналітичними.

Методи сенсорного профілю (профільні методи). Загальні рекомендації щодо використання методів сенсорного профілю містяться у міжнародному стандарті ISO 13299:2016 Sensory analysis – Methodology – General guidance for establishing a sensory profile (Органолептичний аналіз – Методологія – Загальні настанови щодо складання сенсорного профілю).

Методи базуються на тому, що окремі смакові, нюхові та інші стимули, об'єднуючись, дають якісно нове відчуття смакоти (флейвору) продукту. Для складання опису флейвора продукту проводять ідентифікацію окремих властивостей, які формують загальне враження від продукту та оцінюють їх інтенсивність.

Методи використовуються:

- під час розробки, модифікування та удосконалення харчових продуктів;
- під час встановлення розходжень між продуктами;
- під час контролю якості;
- для доповнення результатів інструментального аналізу;
- для забезпечення постійної реєстрації властивостей і ознак продуктів;
- для контролю за змінами продукту в процесі зберігання.

Існують різноманітні методи виконання описових аналізів флейвору, які можна поділити на дві категорії: перша – така, що спричиняє одностайне описання флейвору (за визначенням міжнародного стандарту – це «метод згоди»); друга, яка не потребує згоди – *незалежний метод*. Для кожної категорії методів розробляються відповідні уточнені методики, а також форми подання результатів.

Міжнародний стандарт ISO 11036:1994 Sensory analysis–Methodology – Texture profile (Органолептичний аналіз – Методологія – Профіль текстури) стосується спеціальних методик для складання профільного описання текстури продуктів харчування (твердих, напівтвердих та рідких), а також нехарчових продуктів (наприклад, косметичних). Ці методики рекомендується використовувати для:

- надання допомоги під час випробування за допомогою уточнення формування понять та методик оцінки текстурних характеристик;
- описання текстурних характеристик продукту для складання стандартного профіля з метою виявлення змін на наступних етапах;
- удосконалення існуючих і розробки нових продуктів;
- вивчення різноманітних факторів, що впливають на текстурні властивості продукту;
- порівняння схожих продуктів для визначення природи та інтенсивності їхніх текстурних розходжень;
- кореляції органолептичних та інструментальних і/або фізичних вимірів;
- відбору та навчання випробувачів.

Відповідно до процедури виконання профільного методу аналізу спочатку визначають профіль запаху, потім смаку і консистенції. Дегустаційна комісія кілька разів перевіряє профіль еталонного зразку. Еталонами можуть бути хімічно чисті речовини, які є ключовими для цього продукту за запахом або смаком. За зразком уточнюються термінологія визначень, черговість появи та інтенсивність відчуттів за умовною шкалою.

Для оцінки інтенсивності характерних ознак можна використовувати різні шкали. Прикладом словесного опису ознак може бути така шкала:

- 0 – ознака відсутня;
- 1 – тільки така, що упізнається або відчувається;
- 2 – доволі чітка інтенсивність;
- 3 – помірна інтенсивність;
- 4 – сильна інтенсивність;
- 5 – надто сильна інтенсивність.

Для представлення результатів, одержаних профільним методом, застосовують різні прийоми графічної побудови (прямокутники, багатогранники, профілі напівкіл або повного кола та інші).

На рис. 3.4 показано смаковий профіль томатного соусу у вигляді півкола або повного кола. Осі діаграми відповідають характерним ознакам продукту в порядку визначення ознак. Інтенсивність кожної характерної ознаки відзначено на осях за 5-ти бальною шкалою: смак томату – 4, кориці – 1, гвоздики – 3, солодкий – 2, перець – 1. З'єднавши точки на осях, будують смаковий профіль томатного соку.

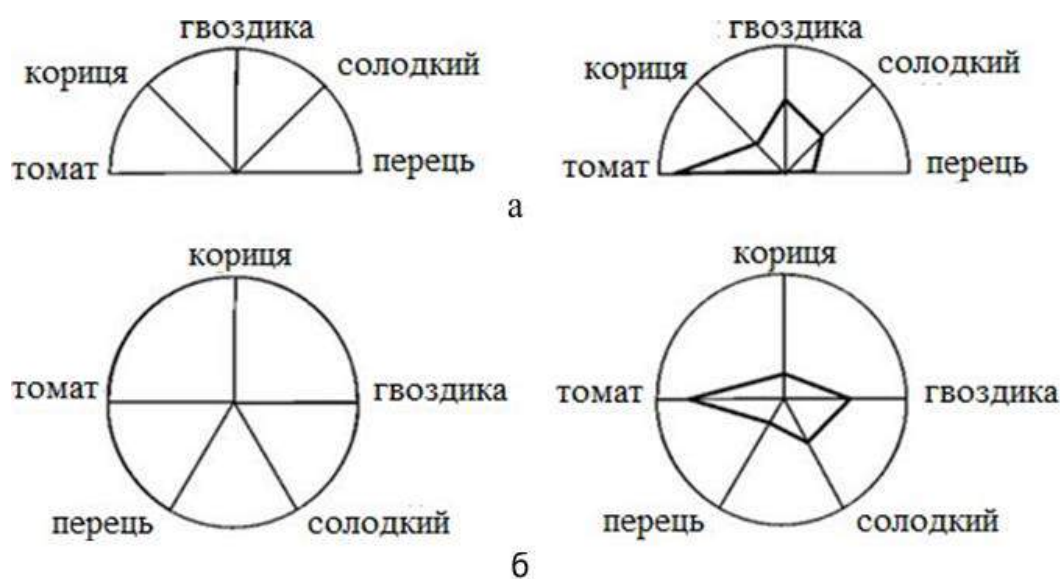


Рисунок 3.4 – Побудова смакового профілю томатного соусу у вигляді:
а) напівкола; б) кола

У Німеччині (А. Кохан, М. Гримм) застосували профільний метод для сенсорної оцінки якості десертного шоколаду. Водночас для характеристики зовнішнього вигляду виділено чотири ознаки (блиск на верхній і нижній сторонах; наявність бульбашок на поверхні; помірність смуги і плями; подряпини і потертості); запаху шоколаду – 2 (шоколадний какао-аромат і нечистий комплекс); смаку – 4 (какао ароматний, гіркий, солодкий, присмак); консистенції – 4 ознаки (труднощі укусу; та, що плавиться, тонкодисперсна та липка).

Кожну з 14 ознак оцінювали за умовною 5-ти бальною шкалою. За узагальненими результатами оцінок дегустаторів будували профілограми. На рис. 3.5 (А) наведено два варіанти графічного

виразу результатів профільного аналізу: а) блиск поверхні шоколаду; б) пухирці на поверхні; в) помірні полоси і плями; г) подряпини і потертості; д) нечистий комплекс; е) шоколадний какао-аромат; ж) какао ароматне; и) гіркий; к) солодкий; л) присмак; м) складність укусу; н) той, що плавиться; п) тонкодисперсний; р) липкий; (–) від’ємне направлення ознаки.

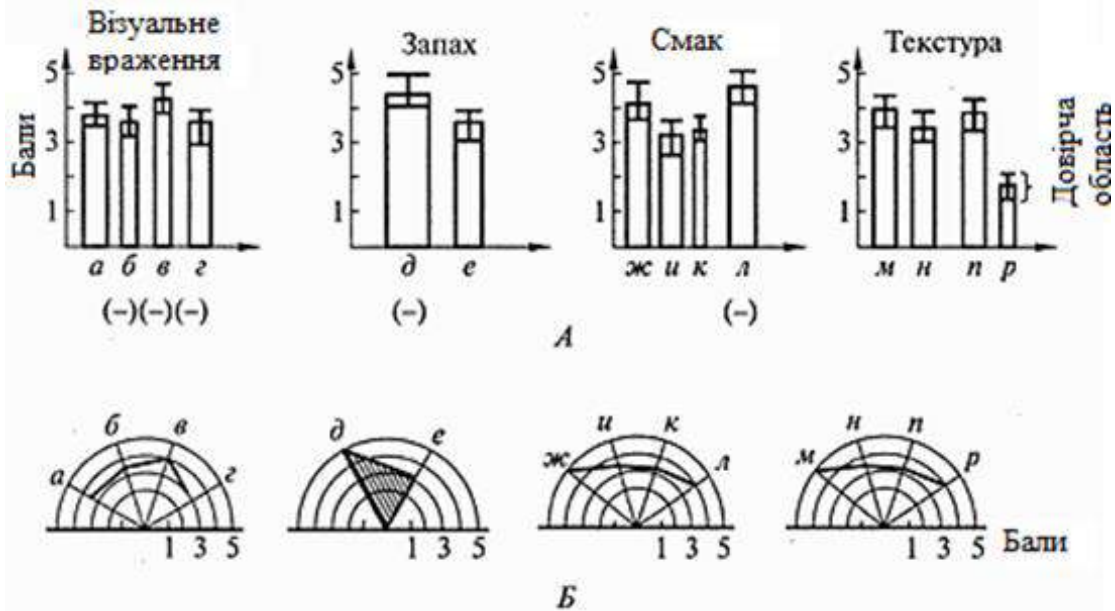


Рисунок 3.5 – Профілограми якості десертного шоколаду:
А – профіль прямокутника; Б – профіль півкола

У профілі прямокутника його висота є мірою інтенсивності ознаки, ширина відображає значимість (важливість) часткової ознаки порівняно з іншими. Послідовність прямокутників зліва направо відповідає послідовності сприйняття відчуттів. На одному рисунку раціонально поєднувати часткові ознаки однієї властивості: зовнішнього вигляду, запаху, смаку або консистенції. Можливе наведення довірчої області. Негативні часткові ознаки, наприклад присмак, нечистий комплекс, повинні визначатися або вказуватися з негативним знаком «мінус».

Профілі півкола складаються з одного півкола. Радіальні лінії означають часткові ознаки, які наносяться за годинниковою стрілкою відповідно до послідовності сприйняття відчуттів. Середні значення інтенсивності відкладаються по радіусах. Точки на осях з'єднуються. Заштрихована поверхня становить профіль показника якості продукту (рис. 3.5 (Б)).

На рис. 3.6 показано приклад профілю сенсорних властивостей продукту у вигляді повної окружності. Найбільш важливі часткові ознаки розташовані за годинниковою стрілкою, інтенсивності викладено по радіусу. На одному рисунку можна показати кілька профілограм для порівняння якості зразків з еталоном або відобразити вплив досліджуваного фактора: технологічних режимів, упаковки та зберігання.



Рисунок 3.6 – Вплив терміну зберігання на сенсорні ознаки десертного шоколаду (за даними А. Кохана і М. Гримма): без зберігання — ; після 10 тижнів зберігання — · — ; після 36 тижнів зберігання - - - - ; (-) від’ємне направлення ознаки

Найбільш зручним профільний метод є для оцінки якості продуктів зі складною характеристикою ознак. Харчові продукти складного хімічного складу (овочі, фрукти), що пройшли технологічну обробку (вино, пиво, кондитерські вироби, консервна риба і морепродукти, копчена чи смажене м’ясо, соуси тощо), створюють пікантний флейвор. Щоб дослідити, до яких відчуттів призводить споживання того чи іншого продукту, та удосконалити його якість, складають профілі його властивостей, наприклад, пікантний або текстурний профіль. Один із прийомів полягає у тому, що різні зразки будь-якого продукту пропонують колективу експертів, які повинні описати цей продукт у сенсорних термінах. Описові терміни узагальнюють, а ті, що найбільш часто зустрічаються, оцінюють як вираз спеціального відчуття. Перелік таких термінів, складений для повного продукту, використовують під час побудови профілю (рис. 3.7).

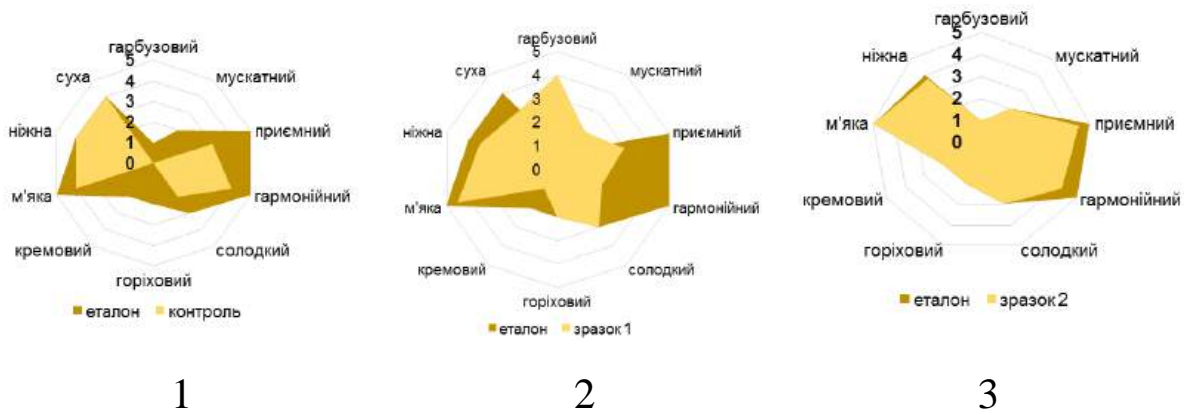


Рисунок 3.7 – Профілограма флейвору хліба пшеничного¹:
 1 – контрольного зразка; 2 – з додаванням свіжого гарбузового соку (зразок 1); 3 – з додаванням свіжого гарбузового пюре (зразок 2)

Профільний метод має великі перспективи в сенсорному аналізі завдяки гнучкості і можливості пристосування його для вирішення різних завдань виробничого дослідницького характеру. Недоліком цього методу є те, що не завжди двома розрізнювальними описовими термінами можна висловити два різних відчуття.

3.3. Споживчі методи сенсорного аналізу

До споживчих відносять методи, під час використання яких органолептична оцінка якості товарів здійснюється споживачами, тобто непідготовленими особами, які виражають своє ставлення до конкретного виробу, його окремих властивостей у вигляді симпатій та антипатій.

Для споживчої оцінки бажано залучати широке коло споживачів, переважно того регіону, де продукт буде реалізовано. Водночас потрібно орієнтуватися на думку такої категорії осіб, для якої цей продукт призначений. Наприклад, до оцінки якості продуктів для дитячого харчування залучити дітей відповідного віку та їхніх батьків. Для оцінки нових дієтичних продуктів запрошувати

¹ Органолептичне оцінювання хліба пшеничного, збагаченого продуктами переробки гарбуза / Юдічева О. П., Калашник О. В., Мороз С. Е., Рибалко О. А., Корсун А. В. *Вісник Львівського торговельно-економічного університету*. 2020. № 23.

людей, які дотримуються спеціальної дієти. Кондитерські вироби, що містять заміники сахарози, краще оцінять особи, які страждають на діабет. Хліб без клейковини може бути високо оцінений людьми, які дотримуються відповідної дієти. Однак він буде визнаний неприйнятним тими, для кого він не призначений.

Результати споживчої оцінки будуть більш достовірними, якщо до дегустації продуктів однієї товарної групи залучити постійний колектив оцінювачів, які попередньо пройшли ознайомлення з правилами проведення дегустацій і застосованими методами. Підготовка групи має більш важливе значення, ніж застосований метод і тип шкали.

Досвід фахівців підприємств, що випускають харчову продукцію, також має велике значення під час оцінки якості виробів нового асортименту. Тому цілком ймовірна їх участь, але формування колективів оцінювачів має проводитися окремо: або зі споживачів-неспеціалістів, або з фахівців, які мають досвід сенсорного тестування одного продукту. Дегустатори-фахівці можуть користуватися більш складними шкалами і здатні дати цінну інформацію, яка дозволить прийняти рішення щодо нового асортименту продуктів.

Розмір проби також належить до вирішальних факторів. Часто оцінюючи смак продукту, людям дають трохи спробувати, однак такої кількості може виявитися недостатньо для отримання істинного враження. Перше враження, яке складається про продукт після одного або двох ковтків, кусання або ложок, може значно відрізнятись від кінцевої оцінки, яка створюється після споживання повної порції. Це справедливо щодо багатьох продуктів, особливо пікантних, з добавками прянощів і приправ.

Під час проведення споживчої оцінки оцінювачі можуть користуватися найпростішим методом одиночного досвіду, прирівнюючи оцінюваний зразок по пам'яті, або застосувати більш досконалий метод оцінки за контрольним зразком, заснований на порівнянні харчового або смакового продукту з контрольним зразком.

Оціночна комісія повинна складатися не менш ніж з 20 осіб, краще 30–40. Будь-який вплив на групу може призвести до спотворення результатів.

Під час проведення споживчої оцінки оцінювачі можуть користуватися найпростішим *методом одиничного досвіду*, порівнюючи оцінюваний зразок по пам'яті, або застосовувати більш досконалий *метод оцінки за контрольним зразком*, заснований на порівнянні ознак харчового або смакового продукту з ознаками контрольного зразка.

Найчастіше застосовується *система переваг і прийнятності з використанням шкали бажаності*, що дозволяє виділити не лише кращу пробу, але і ступінь її бажаності залежно від будь-якого фактора: зміни рецептури, умов і термінів зберігання, технологічного режиму тощо.

Метод переваги заснований на визначенні ступеня переваги однієї або декількох проб, обраних з ряду представлених для оцінки, за допомогою *гедонічних шкал* (від грец. *hedon* – насолода). Гедонічна шкала відображає ступінь прийнятності та переваги в межах «подобається – не подобається».

Група дегустаторів-споживачів отримує роз'яснення організатора про те, як проводити оцінку (будь-який вплив на групу може призвести до спотворення результатів).

Розробляючи методи переваги, велику увагу приділяють максимальному спрощенню запитальників, пропонованих дегустаторам. Найкращі результати отримані в тих випадках, коли споживачам пропонують прості гедонічні шкали, в яких потрібно зробити відповідні позначки залежно від їх думок щодо оцінюваних зразків. Існують різні типи шкал. Найпростіші з них – словесна Гедонічна шкала і Гедонічна шкала обличчя.

Словесна Гедонічна шкала має дев'ять рівнів бажаності (табл. 3.5). Відповідь полягає у тому, щоб поставити хрестик проти слова, відповідного за шкалою враження, залишеному продуктом. Поряд з оцінкою ступеня бажаності продукту можна провести статистичну обробку даних шляхом аналізу розбіжностей. Водночас найвищому рівню бажаності присвоюється 9 балів, а «дуже небажаний» – 1 бал. У табл. 3.5 наведено приклад зведеного дегустаційного листа для зразків, оцінених комісією з 20 осіб. А відсоток небажаності розраховується як відношення небажаних оцінок за кожним зразком до загальної кількості оцінок.

Таблиця 3.5 – Зведений дегустаційний лист за результатами споживчої оцінки методом прийнятності з використанням шкали бажаності

Рівень бажаності	Кількість оцінок за зразками продуктів			
	А	Б	В	Г
Дуже бажаний	0	0	2	4
Вельми бажаний	0	2	6	6
Помірно бажаний	1	4	5	6
Малобажаний	3	4	3	3
Нейтральний	4	5	2	1
Злегка небажаний	5	3	1	0
Помірно небажаний	3	2	1	0
Вельми небажаний	3	0	0	0
Дуже небажаний	1	0	0	0
Усього оцінок	20	20	20	20
Кількість небажаних оцінок	12	5	2	0
Відсоток небажаності	60	25	10	0

На рис. 3.8 показані гедонічні шкали обличч за даними К. Помпеї. Гедонічні шкали осіб мають перевагу в тому, що вони дозволяють уникнути непорозуміннь у розумінні термінів злегка, помірно, середньо, дуже, сильно, надзвичайно, які мають вживатися у словесній гедонічній шкалі. Відповідь полягає у тому, щоб указати, яке зображення на рисунку краще відповідає думці дегустатора щодо якості продукту. Для статичної обробки результатів можна проводити аналіз відмінностей, присвоївши відповідям (рисункам) відповідні бали.

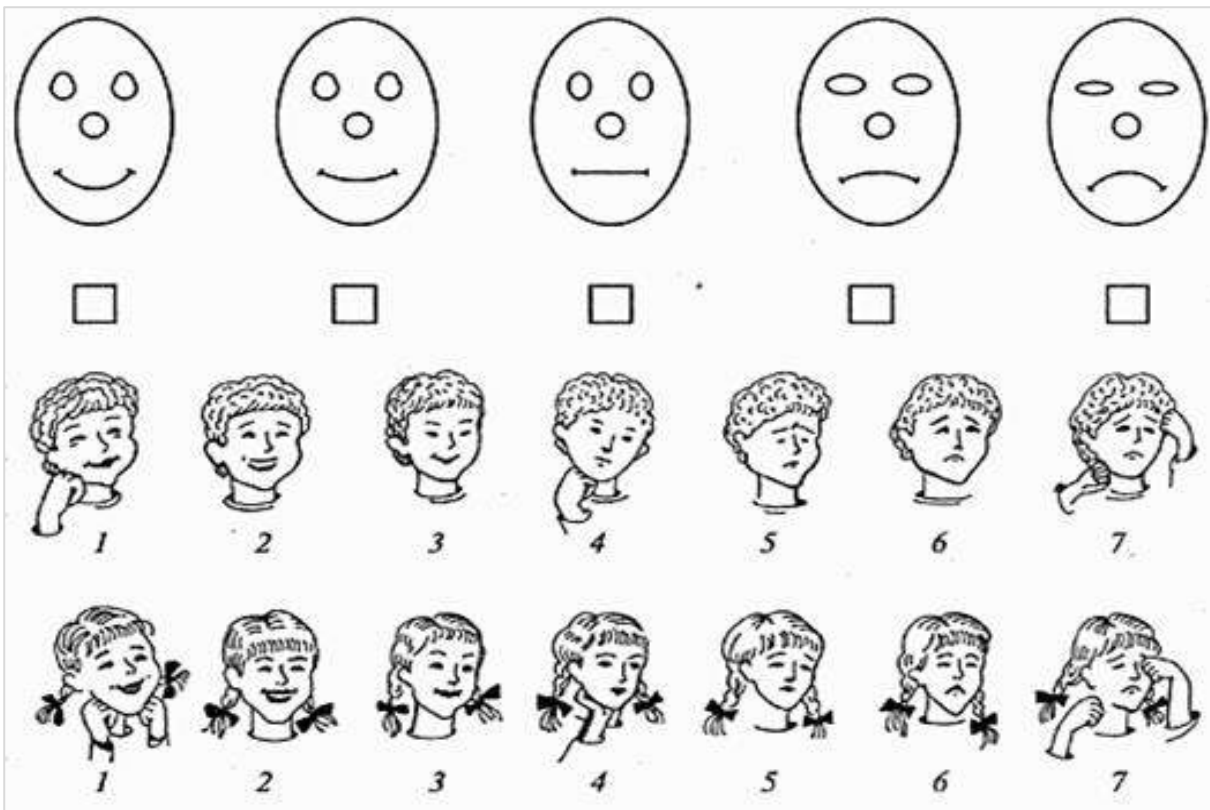


Рисунок 3.8 – Гедонічні шкали обличь:
для дорослих дегустаторів (верхній ряд) і дітей (за даними К. Помпеї)

Однією із закордонних розробок є шкала з дев'яти рівнів, розташованих між двома межами:

- «я буду вживати (споживати / купувати) цей продукт, коли тільки зможу»;
- «я буду вживати (споживати / купувати) цей продукт тільки, якщо мене змусять це зробити».

Шкала призначена для отримання від споживачів відповіді на питання, чи будуть вони споживати цей продукт.

Споживча бажаність є важливим критерієм оцінки якості, проте ставлення споживача до продукту залежить від багатьох факторів як суб'єктивних (звичка, упередження тощо), так і об'єктивних (економічних, реклама).

Недолік споживчих методів полягає у тому, що не можна відповісти на запитання: «Який із продуктів має більш високу якість?»

3.4. Вибір методу залежно від поставленої мети і завдань

Вибір певного методу залежить від поставленої мети і завдань (рис. 3.9).



Рисунок 3.9 – Систематика методів сенсорного аналізу залежно від завдань досліджень

3.5. Експертні методи сенсорного аналізу

Експертний метод оцінки якості продукції передбачає з'ясування думок експертів. Експерт – це кваліфікований спеціаліст, який відповідає вимогам фахової компетентності, діловитості та об'єктивності, а також зацікавлений у роботі експертної комісії. Експертна комісія складається з двох груп – робочої та експертної. До складу робочої групи входять: організатор, спеціаліст, програміст, технічні працівники. До складу експертної групи належать спеціалісти з різних напрямів виробництва і оцінки якості товару (проектування, технології виробництва, естетики, дослідження якості тощо). Експертна група може формуватися з

працівників однієї або декількох фірм, які випускають (реалізують) товари певної групи. Результат роботи експертної комісії залежить від кількості експертів та їхньої компетентності. Процедура проведення експертизи приведена на рис. 3.10.

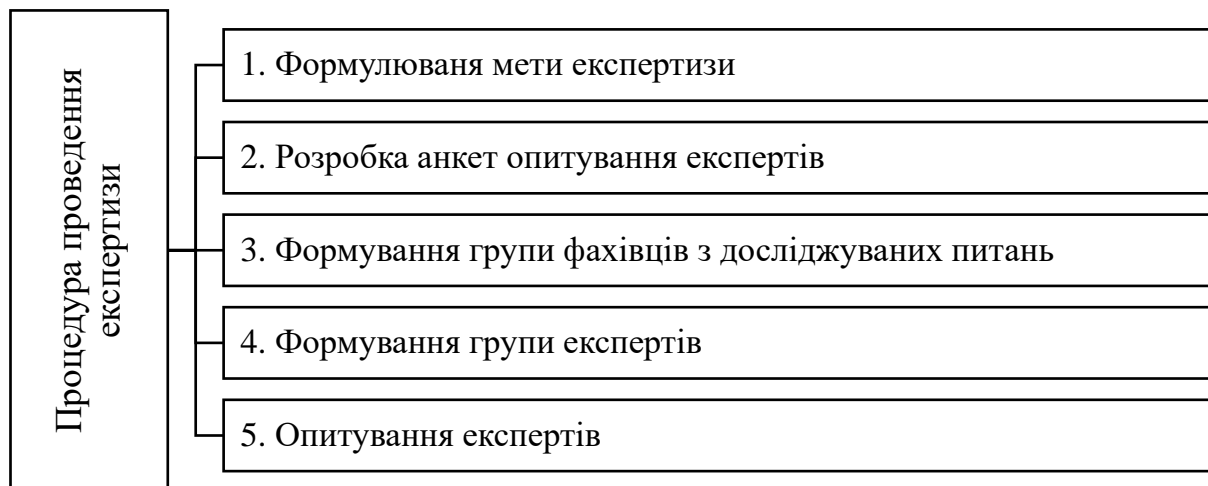


Рисунок 3.10 – Процедура проведення експертизи

Анкета – це перелік конкретних питань, а іноді і перелік варіантів можливих відповідей. Методи опитування експертів: індивідуальні і групові; очні і заочні; відкриті та закриті.

Вибір методу опитування обумовлений різними причинами: кількістю експертів, лімітом часу.

Питання для самоконтролю

1. До групи методів якісного сенсорного аналізу не належать:

- а) парний;
- б) анкетний;
- в) трикутний;
- г) дуо-тріо.

2. До якісного методу сенсорного аналізу не відносять метод:

- а) парний;
- б) анкетний;
- в) трикутний;
- г) «два з п'яти».

3. До кількісного методу сенсорного аналізу відносять метод:

- а) метод розведення;
- б) парний;
- в) анкетний;
- г) метод балової оцінки.

4. До лабораторних методів визначення показників якості відносять методи:

- а) фізико-хімічний, хімічний, фізичний, біологічний;
- б) мікробіологічний, фізіологічний, органолептичний;
- в) органолептичний, експертний, хімічний;
- г) правильна відповідь відсутня.

5. Дегустаційну оцінку якості твердих сирів проводять за 100-бальною шкалою, відповідно до якої смакоароматичним показникам відведено до ...% загальної кількості балів:

- а) 25;
- б) 45;
- в) 10;
- г) 5.

6. Гедонічна шкала бажаності призначена:

- а) лише для дорослих;
- б) лише для дітей;
- в) і для дітей, і для дорослих;
- г) для окремих категорій споживачів (наприклад, діабетиків).

7. Під час споживчої оцінки якості продукції комісія повинна складатися не менше ніж з ... осіб:

- а) 30;
- б) 20;
- в) 40;
- г) 10.

8. Побудова смакового профілю належить до:

- а) описового методу;
- б) методу шкал і категорій;
- в) scoring;
- г) методу індексу розбавлення.

9. Дегустаційну оцінку виноградних вин роблять за 10-бальною шкалою, яка включає п'ять показників. У якого показника максимальний бал:

- а) прозорість і колір;
- б) букет;
- в) смак;
- г) типовість.

10. У якому з методів формуються серії з чотирьох блоків зразків у таких комбінаціях: АкАБ, АкБА, БкАБ, БкБА:

- а) метод «дуо-тріо»;
- б) метод «два з п'яти»;
- в) метод «а – не а»;
- г) триангулярний метод.

Тема 4. Система організації та проведення сенсорного аналізу харчових продуктів

4.1. Відбір і підготовка дегустаторів

Наведені в п. 3 методи сенсорного аналізу гарантують високу точність і об'єктивність результатів лише у тому випадку, коли використовується правильна методика. Усі методики засновані на принципі відбору дегустаторів з підвищеною сенсорною чутливістю – сенсорним мінімумом, який розглядається як професійно важлива властивість дегустатора.

Сенсорний мінімум – це висока чутливість смакового, нюхового і кольорового аналізаторів дегустатора, висока тактильна чутливість пальців рук і ротової порожнини.

Індивідуальні особливості. Надзвичайна здатність розпізнавати різні відтінки кольорів або різноманіття запахів і смаків за певних умов є основою для формування висококваліфікованого спеціаліста з сенсорного аналізу.

Дегустатори з високим рівнем компетентності характеризуються:

- тенденцією давати більш суворі оцінки під час визначення якості товарів;
- більш високою надійністю сенсорних оцінок;
- більшим арсеналом термінів сенсорних показників, що дозволяє їм багатогранно описувати продукти, запропоновані для оцінки;
- меншою силою конформних реакцій, тобто їх висновки більш незалежні.

Добір комісії. Залежно від ступеня підготовки і кваліфікації учасників комісії органолептичного аналізу можуть бути аналітичного або споживчого типу. Останній тип комісії не потребує учасників зі спеціальною підготовкою, незважаючи на те, що під час добору необхідно дотримуватися певних правил. До складу споживчої комісії можна запросити будь-якого споживача, за винятком осіб, які знають оцінюваний товар або з якою метою проводиться оцінка якості цього товару.

Добір членів аналітичної комісії вимагає більш детальної перевірки кандидатів. Водночас вони повинні пройти певне навчання. Більшість вчених-аналітиків вважають, що не варто створювати постійну комісію універсальних експертів, тому що оцінка якості кожного товару являє собою окрему проблему. Безумовно, деякі експерти можуть брати участь у роботі різних комісій, але це може бути обумовлено тільки їхньою високою сенсорною здатністю до виконання такої роботи.

В основі добору експертів повинні лежати три критерії:

- 1) величина порога різниці імпульсу, тобто мінімальна різниця в інтенсивності імпульсу, яку може розпізнати цей кандидат;
- 2) сталість результатів оцінок цього кандидата, тобто здатність цієї особи одержувати повторювані результати своїх оцінок;
- 3) збіг оцінок цього кандидата із середньою оцінкою усієї комісії; претендент не повинен прагнути до завищення або заниження оцінок (хоча цей критерій має менше значення порівняно з двома попередніми).

Добір, як правило, проводять за допомогою трикутного методу: кожен кандидат одержує 3 проби, дві з яких ідентичні; оцінювач повинен впізнати ідентичні проби. Оцінку проводять сім разів і кандидат, який дав 5 або більше правильних відповідей, вважається придатним для роботи в аналітичній комісії.

Добираючи дегустаційну комісію, необхідно враховувати такі чинники, як мотивація поведінки дегустатора, вплив голоду, вплив авторитету.

Вплив мотивів поведінки дегустатора. Під мотивацією поведінки дегустатора розуміють психологічні причини, що впливають на його дії. Під впливом певних мотивів дегустатор може завищувати (занижувати) оцінки представлених проб продуктів. Мотивації можуть бути обумовлені потребами дегустатора, почуттям відповідальності, порядністю, сумлінністю. Вплив цього чинника контролювати важко. Для зниження мотивацій рекомендується проби, які надаються на дегустацію, шифрувати, вводити різні вимоги щодо регламенту роботи дегустаційної комісії.

Вплив голоду. Зміна позитивної оцінки проби, що представляється на дегустацію, залежно від стану організму дегустатора називається *алестезією*. Такі зсуви від приємного до неприємного виникають щодо деяких смаків і запахів їжі після того, як відбулося насичення організму їжею. Зсув від неприємного до приємного щодо тих самих смакових і запахових компонентів відбувається під впливом голоду. Результати багатьох досліджень свідчать про те, що почуття голоду суттєво підвищує чутливість до солодкого.

Вплив авторитету. Деякі дегустатори намагаються ототожнити свої оцінки з оцінками члена комісії, який, на їхню думку, найкомпетентніший. Цей вплив можна частково зменшити, якщо починати обговорення результатів дегустації з опитування дегустаторів, які займають більш низьке службове становище.

Разом з тим у людини можуть бути фізіологічні та психологічні розлади смакової та нюхової чутливості й кольорового зору. Тому у претендентів на роль дегустаторів перевіряють наявність (відсутність) смакової агнозії, нюхової анозмії та кольорового дальтонізму.

Смакова агнозія – це повна або часткова втрата смакових відчуттів. Такий розлад смакового рецептора іноді називають смаковим дальтонізмом. Для визначення смакової агнозії використовують розчини речовин, що є еталонами основних чотирьох смаків у концентраціях, що значно перевищують порогові (табл. 4.1).

Таблиця 4.1 – Концентрація розчинів, що використовують для перевірки на смакову агнозію

Смак розчину	Хімічна речовина	Концентрація, г/дм ³
Солоний	натрію хлорид	5,0
Кислий	винна кислота	0,2
Солодкий	сахароза	20,0
Гіркий	хініну гідрохлорид	0,0015

Порядок представлення розчинів претендентам задається перед початком перевірки. Перед претендентами стоїть завдання: пробуючи по черзі кожен розчин, назвати його смак: солоний, кислий, солодкий, гіркий. Для дегустації у 6 склянок наливають по 30 мл розчинів. У дві склянки можуть налити один і той самий розчин. Якщо претендент не може охарактеризувати смак запропонованого розчину, то констатують наявність агнозії основного смаку і ця особа не допускається до всіх подальших перевірок.

Для визначення *нюхової анозмії* використовують розчини пахучих речовин, а також, як і у попередньому випадку, концентрації цих речовин значно перевищують порогові (табл. 4.2).

Таблиця 4.2 – Концентрація розчинів, що використовують для перевірки нюхової анозмії

Розчини пахучих речовин	Концентрація розчинів
Тімол	0,1 г/см ³
Оцет	1,0 %
М'ятна олія	0,01 г/см ³
Етанол (спирт)	5,0 %

Перед претендентами стоїть завдання: нюхаючи по черзі кожен розчин, назвати його запах: тімол, оцет, м'ятна олія, етанол (спирт).

Перед початком роботи організатор випробовування пояснює претендентам, що нюхати розчини пропонується правою ніздрю, оскільки її прохідність вища, ніж лівої, через своєрідну анатомічну будову носа. За цих обставин необхідно форсовано вдихати запах розчинів. Потім організатор знайомить претендентів із характерними ознаками запахів представлених речовин. Для перевірки у 6 пробірок наливають по 10 мл розчинів. У дві пробірки можуть налити один і той самий розчин. Якщо претендент на роль дегустатора не може назвати один із 4-х запахів, то констатується нюхова анозмія і ця особа не допускається до всіх подальших перевірок.

Методик визначення кольорової чутливості (*кольорового дальтонізму*) досить мало. Найчастіше використовують поліхроматичні таблиці Е. Б. Рабкіна, в яких подразнювачем зорових аналізаторів є кольорові плями, розташовані у міру збільшення інтенсивності кольорового тону.

У претендентів на роль дегустаторів, що пройшли перевірку на відсутність фізіологічних розладів смакового й нюхового аналізаторів, далі визначають пороги виявлення і розпізнавання основних смаків і запахів.

Порогом виявлення вважається найнижча концентрація відповідного розчину речовини, яку можна відрізнити від дистильованої води.

Поріг розпізнавання – це найнижча концентрація речовини, яку можна розпізнати.

Для визначення порогів виявлення і розпізнавання смаку та запаху використовують ті самі речовини, що і для виявлення смакової агнозії та нюхової анозмії, але в інших концентраціях, значно менших.

Для успішної роботи дегустатор повинен володіти сенсорною термінологією, мати певний обсяг «смакового словника», під яким розуміють кількість специфічних слів, які він знає і використовує, оцінюючи продукт. Наприклад, аналізуючи вершкове масло, дегустатор повинен володіти 38 специфічними термінами для характеристики смакових і запахових відчуттів продукту.

Для оцінки обсягу «смакового словника» дегустатора використовують методику, суть якої полягає у тому, що претендентам на роль дегустатора пропонують 10 проб продуктів різних найменувань (наприклад, 10 різних соків, 10 різних кондитерських виробів), смак яких вони повинні охарактеризувати. За індивідуальний індекс обсягу «смакового словника» приймається середня арифметична кількість слів, які не збігалися, що використовувалися претендентами для характеристики смакової властивості таких продуктів. Ця методика не може бути стандартизована з метою професійного відбору дегустаторів. Оцінка обсягу «смакового словника» ситуативна і визначається конкретним видом продукту, досвідом дегустатора і дегустаційної комісії в цілому. Цю методику можна використовувати під час відбору дегустаторів як додаткову.

Претенденти на роль дегустаторів, що пройшли всі тестові відбори, ще не є професійними фахівцями, які можуть кваліфіковано проводити аналіз якості продукції. З цими особами необхідно проводити навчання. Існують програми загальної і специфічної підготовки. *Загальна* підготовка направлена на вдосконалення чутливості дегустатора. *Специфічна* підготовка пов'язана з опануванням дегустаторами особливостей проведення органолептичного аналізу конкретних продуктів, вивченням методів дослідження і прогнозуванням споживчих оцінок.

Підготовка і навчання дегустаторів має на меті не тільки вдосконалення здібностей дегустаторів як вимірювального пристрою, але й розвиток здібностей вдосконалювати і моделювати органолептичні властивості виробів, особливо в процесі розробки нових товарів, враховуючи споживчі оцінки.

4.2. Умови проведення дегустації. Організація роботи дегустаційної комісії

На дегустатора, а отже, і на результат його роботи суттєво впливають зовнішні умови, тому під час проведення сенсорного аналізу необхідно створювати однотипні об'єктивні умови і звертати увагу на такі чинники:

- умови середовища, в якому проводиться дегустація (температура і вологість повітря, освітленість тощо);
- розмір і температура проби, вигляд і розмір посуду тощо;
- швидкість проведення аналізу, способи освіження порожнини рота.

Щоб зменшити значення факторів, які безпосередньо не належать до властивостей продуктів, але впливають на психологію дегустаторів, необхідно чітко контролювати умови, в яких проводиться органолептичний аналіз, зокрема виконувати всі вимоги, що пред'являються до лабораторії, часу проведення дегустацій, правил відбору та подання зразків.

Щоб виявити мінімальну різницю в якості харчових продуктів, необхідна напружена увага і максимальна зосередженість. У лабораторії сенсорного аналізу необхідно дотримуватися тиші і

не допускати появи умов, які б відволікали увагу експертів; все, що відволікає увагу експертів під час виконання роботи, зменшує точність оцінки і збільшує імовірність помилки.

Лабораторію сенсорного аналізу треба відокремлювати від інших приміщень тамбуром, щоб унеможливити проникнення шуму та запахів із сусідніх приміщень.

Рекомендована загальна площа приміщення для сенсорного аналізу повинна бути не менше ніж 36 м², з яких 15–20 м² призначаються для дегустаторів, решта площі – для підготовки зразків та інших допоміжних робіт.

Для кожного експерта в лабораторії необхідно обладнати індивідуальне робоче місце, де він міг би зручно влаштуватися під час роботи. Робоче місце дегустатора має бути облаштоване світлим, добре очищеним столом, зручним, регульованим у висоту стільцем. Кожен дегустатор повинен бути забезпечений основними правилами оцінки, дегустаційними листами, кульковими авторучками, засобами для відновлення смакової чутливості (наприклад, несолодкий, слабо заварений чай), серветками, посудом для відходів. Ширина кожного робочого місця повинна бути близько 1 м, глибина – 55 см, що дозволить зручно розмістити проби та переставляти їх у разі необхідності.

Усі робочі місця дегустаторів рекомендується обладнати комп'ютерами, а місце голови – додатково пристроєм для обробки інформації.

Оснащення лабораторії, меблі повинні створювати умови як для індивідуальної роботи дегустаторів, щоб уникнути впливу один на одного, так і умови для колективної роботи (спільного обговорення питань).

Робочі місця за можливості необхідно розташовувати вздовж стіни, що відділяє лабораторію від підсобного приміщення, де готуються проби товару. У спеціалізованих лабораторіях у цю стіну вмонтовано поворотні столики, на які ставлять зразки і, обертаючи їх на 180⁰, подають зразки оцінювачам.

У лабораторії бажано мати окремі кабінки розміром 4 × 1,2 м для самостійної роботи дегустаторів. За неможливості обладнання приміщення окремими кабінами можна використовувати

ширми або спеціальні столи для сенсорних аналізів, або столи з перегородками. Перегородки можна складати і прибирати. У разі відсутності перегородок місця для дегустаторів розміщуються одне за іншим за окремими столами.

У лабораторії потрібно передбачити 5–9 робочих місць для експертів-дегустаторів і одне – для голови дегустаційної комісії, яке необхідно розташувати так, щоб він міг бачити всіх членів комісії.

На рис. 4.1 показані можливі рішення планування приміщень для проведення дегустацій. Варіанти *б*, *в*, *г* передбачають умови для колективного обговорення питань; варіанти *а*, *б* – умови для індивідуальної роботи; варіант *в* – місце для голови комісії.



а)



б)



в)



г)

Рисунок 4.1 – Організація приміщень для проведення дегустацій

Підсобне приміщення для підготовки проб, миття посуду необхідно ізолювати від лабораторії. Приміщення оснащують таким обладнанням: шафами для зберігання робочого інвентарю і проб, призначених для дегустаційної оцінки; робочими столами для підготовки проб, холодильними і морозильними камерами, умивальниками з гарячою і холодною водою; відповідним посудом; столовими приладами, що не окислюються; обробними

дошками, приладами і посудинами для проб; вагами з максимальною межею зважування 1 000 г і похибкою зважування не більше ± 1 г, а також аналітичними вагами з точністю зважування до 0,001 г; приладами для зрошення, подрібнення і термічної обробки продуктів.

У сенсорних аналізах можна застосовувати світлий, без запаху і смаку посуд, який не повинен вступати в хімічну взаємодію з компонентами продукту. Тому для сенсорного аналізу непридатний посуд зі сталі, алюмінію, олова, латуні і навіть дерева. Лабораторний посуд варто виготовляти з найбільш нейтральних матеріалів: нержавіючої сталі, срібла, фарфору і скла. Лабораторний посуд ретельно миють гарячою водою, декілька разів полощуть у чистій воді і висушують за високої температури, щоб ліквідувати сторонні запахи.

Посуд, в якому подається зразок, не повинен відволікати увагу дегустаторів і спотворювати результати дегустації (незабарвлений, без яскравих малюнків). Для оцінки рідин переважно застосовують безбарвні скляні посудини відповідного об'єму, при цьому певне значення має форма. На рис. 4.2 зображено посуд, рекомендований для дегустації: а – чаю, б – кави, в – для оцінки якості вин. Посуд повинен забезпечувати легкість у роботі, мінімальні похибки в дослідженнях, безпеку і економічність. Посуд, у якому подають зразки для оцінки (переважно порцеляновий, фаянсовий або скляний), повинен бути однорідний за формою, кольором, зовнішнім виглядом, тому що навіть незначні відхилення цих параметрів можуть вплинути на результати аналізів.

Для дезодорації повітря в дегустаційній кімнаті застосовують генератори озону, кварцові лампи. У приміщенні, де проходять дегустаційні випробування, забороняється курити.

Робочі місця експертів, стіни лабораторії бажано фарбувати у світлі, спокійні для очей тони: білі, кремові, світло-сірі. Меблі також повинні бути білого або світлого кольору. Щоб не відволікати увагу дегустаторів, не потрібно прикрашати стіни лабораторії розписом і картинами.

Лабораторія для проведення сенсорного аналізу повинна бути оснащена достатнім освітленням.



а)



б)



в)

Рисунок 4.2 – Посуд, рекомендований для дегустації:

а – чаю, б – кави, в – для оцінки якості вин

У приміщенні повинно бути передбачено денне освітлення, переважно розсіяне денне світло та індивідуальне освітлення робочих місць з інтенсивністю світла не менше ніж 500 лк. Відстань від лампи до зразка продукту повинна бути приблизно 0,6 м. Важливим є кут падіння світлових променів, наприклад, м'ясо рекомендується висвітлювати під кутом падіння світла 45° , а огляд проводити під кутом 90° .

Світло не повинно спотворювати природне забарвлення зразків продуктів. У деяких випадках під час оцінки колірних відмінностей потрібно застосовувати світлофільтри: червоні – для оцінки м'яса, джемів; помаранчеві, жовті, червоні – для вин, соків та інших напоїв; жовті – для коров'ячого масла і маргарину. Під час роботи зі світлофільтрами дегустаційну кімнату рекомендується затемнювати.

Для визначення кольору інтенсивність освітлення повинна бути 30–50 лк. Світло повинне бути таким, щоб природне забарвлення зразка зберігалось незмінним. Це особливо важливо, якщо

у процесі оцінки якості необхідно порівнювати кольори зразків, а також якщо у відтінках кольору треба встановити відмінності, які з'являються під час зберігання або під впливом пакувальних матеріалів. Вікна сенсорної лабораторії повинні виходити на північ, а площа їх має бути більше 35 % від площі підлоги. Лабораторії частіше за все освітлюються штучним світлом, оскільки інтенсивність природного освітлення упродовж дня змінюється. Але, щоб не відбувалося спотворення кольору оцінюваного зразка товару, необхідно використовувати освітлювальні прилади, які б давали світло, ідентичне денному. Найкраще оцінювати колір зразків за розсіяного денного світла у хмарний день. Таке освітлення можна одержати за допомогою флуоресцентних ламп денного світла. Але відтінки кольору за такого освітлення більш холодні, ніж за звичайного електричного світла.

До відбору співробітників лабораторії також пред'являються певні вимоги: освіта – бажано психологічна або біологічна, але головна умова – вміння працювати з людьми.

Час проведення дегустацій також має важливе значення. Рекомендується не призначати час, близький до сніданку, обіду або вечері; уникати станів голоду і ситості. За півгодини до випробувань дегустатори повинні утриматися від куріння, їжі і напоїв.

У лабораторії сенсорного аналізу повітря має бути свіжим і в приміщенні не повинно бути сторонніх запахів, що могли б спотворити результати аналізу.

Для забезпечення постійної циркуляції повітря в лабораторії необхідно передбачити вентиляцію, але вона має працювати безшумно. Річ у тім, що навіть незначні функціональні порушення, викликані недостатнім надходженням кисню в організм, знижують збуджуваність нервових клітин. Температура повітря в лабораторії також впливає на чутливість органів смаку і нюху. Встановлено, що підвищення температури в приміщенні понад 36 °C значно знижує збудливість рецепторів смаку, за температури нижче ніж 15 °C спостерігаються труднощі з виявленням різниці інтенсивності запахів і солоного смаку. Тому в холодний і жаркий періоди року приміщення для сенсорного аналізу потрібно обладнувати кондиціонерами. У приміщенні температура повітря повинна бути 20 ± 2 °C, відносна вологість – $70 \pm 5\%$.

Стан організму. Фізичний і хімічний стан організму, вік, звички значною мірою впливають на хід сенсорних явищ. Відмінний стан здоров'я – необхідна умова хорошої сенсорної здатності органів чуттів.

На смакову чутливість дегустатора впливають різні захворювання. Ушкодження язика призводить до зниження чутливості до солоного і солодкого смаків. Сприйняття кислого і гірконого смаків погіршується у дегустаторів, що мають протези зубів верхньої щелепи.

Будь-яке захворювання суттєво впливає на результати оцінки смаку і запаху. Тому під час відбору дегустаторів в анкету потенційного дегустатора рекомендується включати і питання щодо стану його здоров'я. Для організаторів дегустації дані такої анкети можуть стати джерелом інформації для більш точного і правильного відбору майбутніх дегустаторів.

Експерти не повинні мати функціональних порушень організму, обумовлених неправильним харчуванням або іншими причинами. Навіть незначне захворювання носа або ротової порожнини суттєво впливає на результати визначення смаку і запаху. За 1–2 години до початку роботи треба утримуватися від куріння, а аналітикам-спеціалістам взагалі не варто курити.

Під час проведення сенсорного аналізу бажано контролювати свої емоції. Відомий французький дегустатор вин рекомендував «працювати у стані повного фізичного і психічного спокою і зберігати ідеальні умови, які дозволять зосередитися і розмірковувати».

Високі вимоги, що висуваються до експертів, вимагають від них додержання умов, необхідних для ідеального функціонування органів чуттів. Це потребує від них великої внутрішньої дисципліни; необхідності постійно вести здоровий спосіб життя; тримати зуби у належному стані, чистити їх нейтральними пастами або порошками; дотримуватися принципів гігієни і культури харчування. Не можна користуватися парфумами, пахучими милами і кремами. Використання парфумів з різким ароматом не тільки заважатиме роботі самого експерта, а може звести нанівець роботу всієї експертної комісії.

Перед тим, як почати оцінку зразків, треба вимити руки з милом без запаху, декілька разів прополоскати їх у проточній теплій воді й висушити у потоці нагрітого повітря.

Дегустатор повинен бути поміркованим у харчуванні. Йому необхідно обмежувати вживання приправ, прянощів, а напередодні визначення якості товарів узагалі не вживати такі продукти, як часник, цибуля, гірчиця, хрін, чорний і червоний перець, солодоці, а також надзвичайно кислі й концентровані страви і напої. Дотримуючись цих правил, можна довго зберігати високу чутливість своїх органів чуттів.

За споживчих оцінок, коли на дегустацію подається 2–3 зразки, проби можна ковтати. Під час проведення аналітичних аналізів, коли за один день експертам доводиться визначати якість декількох десятків зразків, проби пропонують не ковтати, а видаляти їхні залишки з порожнини рота. Це пов'язано з тим, що враження від продукту дегустатор повною мірою одержує при його нюханні й зіткненні проби з язиком. Тому немає необхідності ковтати проби, бо ні в стравоході, ні в горлі немає рецепторів, що сприймають відповідне подразнення.

Відновлення чутливості органів чуттів. Чутливість органів чуттів знижується під впливом фізіологічної і розумової втоми, а також при адаптації до цього імпульсу. Певною мірою цього можна уникнути шляхом обмеження кількості проб, перерв у роботі та відновлення чутливості аналізаторів шляхом полоскання ротової порожнини кип'яченою водою з температурою 36–37°C або прожовування шматочка не надто свіжого пшеничного хліба. Чудовим засобом відновлення відчуття є міцний чай, який рекомендується використовувати під час визначення смаку м'ясних продуктів, вершкового масла, жирів. Використання інших речовин і продуктів для відновлення чутливості органів чуттів більшість дослідників не рекомендують, оскільки всі продукти мають специфічний смак і запах, який може спотворити результати аналізів.

4.3. Вимоги до підготовки проб (кодування) харчових продуктів і порядок їх подачі на дегустацію

Кількість проб у серії. Цілком зрозуміло, що чим більше проб товарів треба оцінити за певний проміжок часу, тим менша точність оцінок. Тому необхідно обмежувати кількість зразків, що подаються на одне засідання експертної комісії. Це залежить від продукту, кількості показників, які треба визначити, і точності, яку бажано одержати під час цього аналізу. Для кожного продукту на основі експериментальних досліджень треба встановлювати максимальну кількість проб для оцінки. Наприклад, для спиртних напоїв – не більше 4–5 підряд оцінюваних зразків, для олій, маргарину, цукру – не більше 4 зразків.

Одержання постійних високоточних результатів за великої кількості проб може бути результатом надзвичайної зацікавленості оцінювачів поставленим перед ними завданням, чого не можна чекати від будь-якої комісії.

Послідовність подання проб. Проби продуктів повинні подаватися за принципом зростання інтенсивності імпульсу. Так, спочатку повинні досліджуватися проби з тонким, ніжним запахом, а потім – з більш інтенсивним. Те саме можна сказати і щодо інтенсивності смаку. Крім того, під час визначення смаку треба додержуватися і певної послідовності його видів. Не варто подавати для оцінки спочатку солодку або гірку пробу, а потім кислу, а також гірку пробу перед солодкою. Під час дегустації він спочатку подають витримані вина, потім – напівсолодкі, а вже потім – солодкі. На смак вина впливає також те, який продукт оцінювався перед ним. Вино буде здаватися більш витриманим, якщо його подають після солодкого продукту або після твердого сиру. Тут спостерігається явище контрастного смаку.

Якщо дегустатори спочатку оцінюють пробу більш інтенсивну за запахом і смаком, то їм потім важко відчутти ніжні відтінки аромату наступної проби, тому що органи чуттів, збуджені більш сильним імпульсом, швидко втрачають чутливість і реагують тільки на дію інтенсивніших імпульсів. Тому розташування проб відповідно до зростання інтенсивності імпульсу необхідно взяти за правило під час сенсорного аналізу усіх продуктів. Це стосується не тільки смаку й запаху, але й інших показників. Наприклад,

консистенція сиру здається більш м'якою, якщо його оцінюють у серії твердих сирів, і більш твердою – в серії порівняно м'яких сирів. «Контрастні ефекти» спостерігаються тоді, коли будь-яка проба значно відрізняється від інших проб цієї групи за якістю.

В усіх випадках, коли треба одержати результати з високим ступенем точності, необхідно спочатку провести попередню оцінку зразків і виділити з цієї проби зразки, що суттєво відрізняються від усієї партії за якістю. Це дає можливість розпізнати навіть незначну різницю в якості практично всіх зразків і дати їм правильну оцінку. Кожному експерту бажано пропонувати проби в різній послідовності.

Вплив першої проби. Експериментальним шляхом встановлено, що перша проба може помітно вплинути на оцінку наступних проб. Наприклад, перша проба витриманого вина завжди здається більш кислою, ніж наступні. Таке явище спостерігається під час оцінки фруктових соків, пива (ступінь гіркоти), копченої риби (ступінь солоності). Повторне випробування того самого зразка не завжди допомагає перебороти перше враження. Щоб зменшити вплив першої проби, варто на дегустаціях завжди подавати першою пробу, що не належить до серії оцінюваних проб і подається тільки для того, щоб настроїти органи чуттів експерта. Здебільшого тільки після випробування 1–2 проб органи чуттів набувають максимальної чутливості.

Розмір проби. Експертові повинна бути запропонована свобода у виборі кількості продукту, яка йому необхідна для проведення аналізу. Але у переважній більшості випадків усім членам комісії подають однакові за розміром проби. Часто розмір натуральної проби обмежений, особливо під час оцінки м'ясних продуктів, птиці і риби.

Під час оцінки смаковитості молока проба може бути близько 10 мл, пива – близько 30 мл. Якщо для визначення сенсорних здібностей експерта перед ним ставиться завдання розташувати в певній послідовності чисті розчини смакових речовин, то для однієї проби береться 6–8 мл розчину. Кількість повторів залежить від концентрації проби, величини порога різниці смаку, що використовується у цій серії, і кількості проб у серії. Бажано, щоб розмір порції під час визначення смаку був однаковий.

Під час використання методу послідовності кількість продукту повинна бути достатньою для багаторазового порівняння проб і повторної перевірки аналізу. За обмеженої кількості проб зменшується точність оцінки.

Загальна кількість продукту, необхідна для проведення сенсорного аналізу, залежить від кількості показників, які будуть визначатися, кількості повторів проб, що подаються на одне засідання комісії, кількості експертів, а також від методу оцінки, який збираються використати.

Питання для самоконтролю

1. Якої дегустації не існує:

- а) робоча, виробнича;
- б) експертна або арбітражна;
- в) конкурсна, комерційна, навчальна;
- г) аматорська.

2. Підібрати пари:

- 1) експертна / арбітражна дегустація;
- 2) комерційна дегустація;
- 3) виробнича дегустація;
- 4) робоча дегустація;

а) здійснюється безпосередньо у виробничих приміщеннях технологами, хіміками, завідувачами лабораторій і начальниками відділів технічного контролю; водночас оцінюється якість сировини, напівфабрикатів і готової продукції;

б) здійснюється комісією в межах підприємства, об'єднання чи управління;

в) проводиться під час вирішення спірних питань, що виникли між підприємствами, про якість продукції; під час відбору зразків на міжнародні конкурси;

г) проводиться з метою використання обраної продукції у виробництві, для поліпшення складу і якості або ж безпосередньо для продажу споживачеві згідно зі сформованими у конкретному районі смаками і традиціями.

3. Сенсорний аналіз рекомендують проводити:

- а) о 10–11-ій годинах ранку, через 1,5–2 год після прийняття їжі;
- б) о 9–10-ій годинах ранку, натщесерце;
- в) о 9–10-ій годинах ранку, через 1,5–2 год після прийняття їжі;
- г) у будь-який час доби, але через 1,5–2 год після прийняття їжі.

4. Тривалість одного засідання комісії має бути:

- а) не більше 2-х годин;
- б) не більше 1-ї години;
- в) не більше 5-ти годин;
- г) неважливо.

5. Кількість зразків під час дегустації ігристих вин повинно бути:

- а) не більше 12–15;
- б) не більше 5;
- в) не більше 20;
- г) не більше 10.

6. Повна або часткова втрата смакових відчуттів – це:

- а) дисгевзія;
- б) агевзія;
- в) гіпогевзія;
- г) агнозія.

7. Найнижча концентрація відповідного розчину речовини, яку можна відрізнити від дистильованої води:

- а) поріг виявлення;
- б) поріг розпізнавання;
- в) сенсорний мінімум.

8. Для добору дегустаційної комісії необхідно враховувати такі чинники:

- а) мотивація поведінки дегустатора;
- б) вплив голоду;
- в) вплив авторитету;
- г) усі відповіді правильні.

9. Підвищення температури в приміщенні, в якому проводиться дегустація, понад 36 °С:

- а) знижує збудливість рецепторів смаку;
- б) підвищує збудливість рецепторів смаку;
- в) сприяє труднощам з виявлення різниці інтенсивності запахів;
- г) сприяє виявленню різниці інтенсивності запахів.

10. Рекомендована загальна площа приміщення для сенсорного аналізу повинна бути не менше:

- а) 36 м²;
- б) 12 м²;
- в) 24 м²;
- г) неважливо.

РОЗДІЛ II

ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТОВАРІВ

Тема 5. Роль, місце та значення інструментальних методів досліджень товарів під час оцінки їх якості

5.1. Особливості інструментальних методів досліджень

Інструментальні методи досліджень – розділ аналітичної хімії, завданням якого є визначення якісного і кількісного складу речовин з використанням сучасного обладнання.

Інструментальні методи мають свої особливості:

– необхідність виконання «холостої» проби для врахування впливу на результати аналізу мікродомішок у реактивах під час визначення низьких концентрацій компонентів;

– необхідність калібровки (градуїровки) шкали прибору за допомогою еталонів-зразків, склад яких точно відомий.

Наразі в світі спостерігаються швидкі технологічні зміни, які викликані розвитком науково-технічного прогресу. З'являються нові галузі промисловості, поширюються новітні технології, які дозволяють синтезувати, наприклад, щороку приблизно 250 тисяч нових хімічних речовин. Традиційні, вже існуючі хімічні методи не в змозі задовольнити запити аналітичної практики. Тому постало нагальне питання пошуку та запровадження нових методів аналізу, які б дозволяли швидко та якісно вирішувати завдання.

Вибір методу аналізу визначається конкретним завданням, яке стоїть перед дослідником. Якщо потрібно визначити основну речовину, наприклад, залізо в сталі або залізній руді, силіцій у силікатах, що є в цих об'єктах у великих кількостях, визначення в цьому випадку проводять хімічними методами, які мають високу точність. Визначення домішок, які містяться у десятих, сотих, тисячних і менших частках відсотка, найкраще (а часто і безальтернативно) проводити високочутливими інструментальними методами аналізу.

5.2. Класифікація інструментальних методів дослідження

Класифікацію інструментальних методів залежно від способів одержання результатів було представлено в п. 1.2.2. У цьому розділі розглянемо найбільш поширені в практиці методи інструментального аналізу – фізико-хімічні.

Фізико-хімічні методи аналізу (ФХМА) – це група методів, які ґрунтуються на вимірюванні інструментально (за допомогою приладів, інструментів) певних фізичних властивостей систем.

Фізико-хімічні методи аналізу поділяються на 2 групи:

1. Власне фізико-хімічні методи, які ґрунтуються на вимірюванні фізичних або фізико-хімічних властивостей (параметрів) системи під час проведення хімічної реакції з об'єктом аналізу.

2. Фізичні методи аналізу, які ґрунтуються на вимірюванні фізичних властивостей (параметрів) системи без проведення хімічних реакцій.

Варто зазначити, що фізико-хімічні методи аналізу не є універсальними. Серед декількох десятків спеціалізованих фізико-хімічних методів аналізу розглянемо найбільш розповсюджені.

Залежно від природи фізичного параметра системи, що вимірюють, розрізняють такі методи (рис. 5.1).

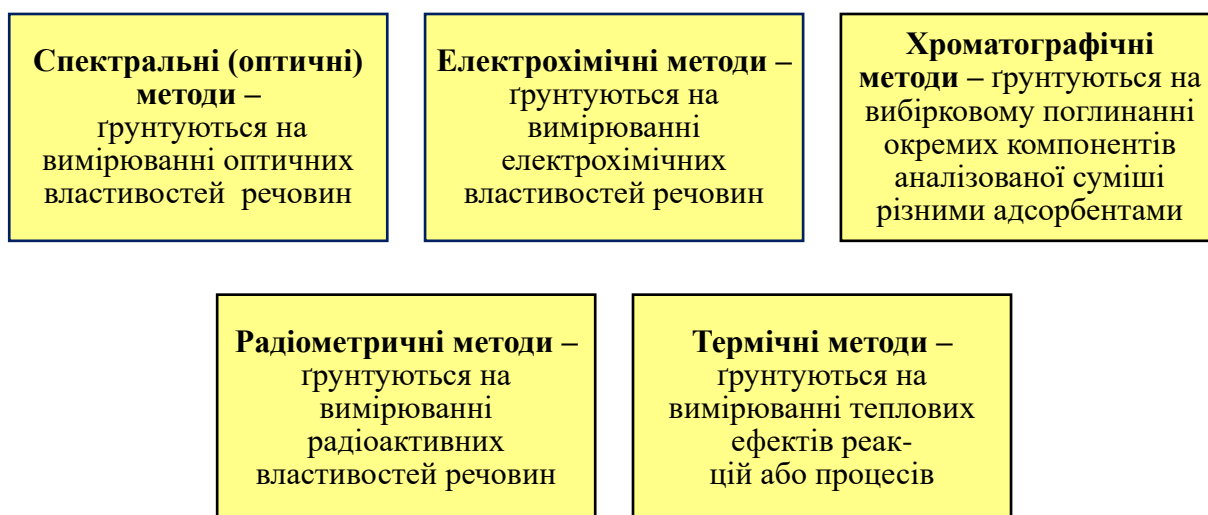


Рисунок 5.1 – Класифікація фізико-хімічних методів аналізу залежно від природи фізичного параметра системи, що вимірюють

До переваг фізико-хімічних методів належать:

– висока чутливість методів (приклади чутливості деяких методів представлено в табл. 5.1);

Таблиця 5.1 – Порівняння чутливості інструментальних методів аналізу

Метод аналізу	Межа виявлення, г	Метод аналізу	Межа виявлення, г
Фотометрія	$1 \cdot 10^{-6}$	Газова хроматографія	$1 \cdot 10^{-11}$
Флуориметрія	$1 \cdot 10^{-10}$	Радіоізотопний аналіз	$1 \cdot 10^{-15}$
Полярографія	$1 \cdot 10^{-9}$	Мас-спектрометрія	$1 \cdot 10^{-12}$
Емісійний спектральний аналіз	$1 \cdot 10^{-10}$	Кулонометрія	1
Атомно-абсорбційний аналіз	$1 \cdot 10^{-10}$	Кінетичний аналіз	$1 \cdot 10^{-11}$

– висока селективність методів, що дозволяє визначати речовини в сумішах без їх хімічних перетворень та виділення; це є незамінним у виробництві речовин високої і надвисокої чистоти. А межа виявлення домішок у кількості 10^{-5} – 10^{-10} %;

– висока експресність методів, що визначається витратами часу на аналіз;

– автоматизація та комп'ютеризація процесів та інтерпретації результатів;

– дистантність – можливість проведення аналізу на відстані (наприклад, аналіз ґрунту на Місяці, вимір радіації в Чорнобилі, під час аналізу препаратів високої радіоактивності, токсичності, а також аналізу морських вод на великих глибинах);

– неруйнівні методи – можливість виконання аналізу без руйнування зразка, що має велике значення, наприклад, для криміналістики, медицини.

До недоліків методу належать:

- складність апаратних комплексів та їхня висока вартість;
- гірша відтворюваність порівняно з хімічним аналізом;

– похибка визначення вмісту речовини може досягати 5–10 %, а іноді до 20 %, натомість у класичному хімічному аналізі всього 0,5–1 %;

– складність виконання та велика кількість операцій під час підготовки обладнання та отримання результату досліджень;

– обмежені можливості використання (особливо в роздрібній торгівлі).

5.3. Етапи виконання аналізу

Під час виконання аналізу за допомогою фізико-хімічних методів необхідно знати, що він виконується за визначеною етапністю:

1. Відбір проби. Під *пробою* розуміється оптимально необхідна частина зразка товару, тотожна за складом і властивостями всьому об'єкту дослідження.

Зразки для аналізу можуть бути тверді, сипучі, рідкі, газоподібні речовини або суміші, які є в різних місткостях, в яких вони зберігаються або транспортуються, а також у трубопроводах. Маса цих об'єктів може становити кілограми і навіть тонни. Для одержання інформації про склад об'єкта аналізу необхідно відібрати порівняно невелику пробу (10–100 г) і саме вона буде піддаватися аналізу.

Проби і зразки товарів можуть бути отримані і митними органами зі своєї ініціативи чи з ініціативи осіб, які мають повноваження щодо товарів; іншими державними органами, що здійснюють контрольні функції на митному кордоні. Проведення досліджень здійснюється через мережу митних лабораторій, які мають відповідний статус (повноваження). Взяття проб і зразків товарів для проведення їх досліджень здійснюється вибірково митними органами в рамках процедур митного контролю та митного оформлення. Більш детально це питання буде розглядатися в курсах «Товарознавство та експертиза продовольчих товарів» та «Товарознавство та експертиза непродовольчих товарів».

2. Обробка проби. Перед аналізом проба піддається обробці. Це можуть бути фізичні, хімічні, механічні та інші процеси: подрібнення, розчинення, виділення з проби визначуваних компонентів, переведення в іншу хімічну сполуку, відокремлення компонентів, які заважають визначенню, тощо.

3. Одержання аналітичного сигналу. Аналітичний сигнал – це кількісна характеристика, величина якої пов'язана з хімічним складом аналізованої речовини. Аналітичний сигнал фізико-хімічних методів аналізу одержують за допомогою приладів. Це можуть бути: сила струму, потенціал, інтенсивність випромінювання або поглинання світла (однопараметровий сигнал), а також їх залежність від часу, об'єму розчину, довжини хвилі (двопараметровий сигнал).

4. Обробка аналітичного сигналу. Для одержання результату аналізу аналітичний сигнал відповідним чином необхідно обробити.

У хімічних методах якісного аналізу візуальне спостереження аналітичного сигналу дозволяє зразу зробити висновок про наявність або відсутність певної речовини.

Процес експериментального визначення залежності параметру аналітичного сигналу від складу проби називається *калібруванням* (градуванням). Для визначення вмісту компонента на основі результатів вимірювань необхідно в процесі аналізу хоча б один раз виконати калібрування. Мета калібрування – опис зв'язку між величиною (інтенсивністю) аналітичного сигналу і масою, відносним вмістом або концентрацією визначуваного компонента за допомогою калібрувальної функції – здебільшого, прямолінійної.

5. Основні методи розрахунку концентрацій у фізико-хімічних визначеннях. На практиці найбільш поширеними методами прямого кількісного визначення є:

- 1) метод прямого калібрування (метод калібрувального графіка);
- 2) метод внутрішнього стандарту;
- 3) метод добавок.

Усі ці методи ґрунтуються на використанні комплекту стандартів або еталонів – сумішей або зразків з відомим вмістом одного чи декількох визначуваних речовин.

Основні вимоги до комплекту стандартів: однаковий агрегатний стан із обробленим об'єктом аналізу, який надходить у прилад; близькість складу невизначуваних компонентів (матриці) стандарту і зразка; очікуваний вміст компоненту в зразках повинен бути в межах вмісту визначуваних компонентів у комплекті стандартів.

Метод прямого або абсолютного калібрування. Цей метод використовується тоді, коли конкретний ФХМА дозволяє у разі одержання аналітичного сигналу від зразків і еталонів (етап 3) підтримувати постійними в часі величини контрольованих факторів.

Метод внутрішнього стандарту використовується тоді, коли з тих чи інших причин не забезпечується умова постійності в часі контрольованих параметрів. Цей метод полягає у тому, що до об'єкта аналізу і еталонів додають постійну кількість речовини-стандарту (внутрішнього стандарту), якої немає в об'єкті аналізу. Вибирають таку речовину і таку її кількість, щоб вплив контрольованих умов на вимірюваний параметр аналітичного сигналу визначуваної речовини і речовини-стандарту був однаковим. Це є необхідною умовою для використання методу відносного калібрування.

Різновидом методу внутрішнього стандарту є **метод добавок**. У цьому методі як речовину-стандарт беруть визначувану речовину, відому кількість якої додають до відміряної кількості об'єкта аналізу.

Питання для самоконтролю

1. Оптимально необхідна частина зразка товару, тотожна за складом і властивостями всьому об'єкту дослідження, називається _____ .

2. Який метод використовується тоді, коли конкретний ФХМА дозволяє під час одержання аналітичного сигналу від зразків і еталонів підтримувати постійними в часі величини контрольованих факторів:

- а) метод прямого калібрування (метод калібрувального графіка);
- б) метод внутрішнього стандарту;
- в) метод добавок.

3. Кількісна характеристика, величина якої пов'язана з хімічним складом аналізованої речовини і яку отримують за допомогою приладу, – це _____ .

4. Для одержання інформації про склад об'єкта аналізу необхідно відібрати порівняну пробу масою, яка саме і буде піддаватися аналізу:

- а) 10–100 г;
- б) 1–10 г;
- в) 100–1000 г;
- г) залежить від речовини.

5. Межа виявлення домішок під час фізико-хімічного аналізу у кількості становить _____ %.

6. Похибка визначення вмісту речовини у ФХМА може досягати ____ %, іноді до ____ %; натомість у класичному хімічному аналізі – всього ____ %.

7. Група методів, які ґрунтуються на вимірюванні електрохімічних властивостей речовин, має назву _____.

Тема 6. Спектральні (оптичні) методи аналізу

6.1. Загальні принципи оптичної спектроскопії

Спектральні методи аналізу – це методи якісного і кількісного визначення складу речовини, засновані на отриманні і дослідженні її спектрів. Залежно від структури речовини і її хімічного складу, а також від умов збудження атоми або молекули речовини випромінюють / поглинають характерні молекулярні, атомні або рентгенівські спектри, за якими можна судити про елементарний склад досліджуваної проби (рис. 6.1).

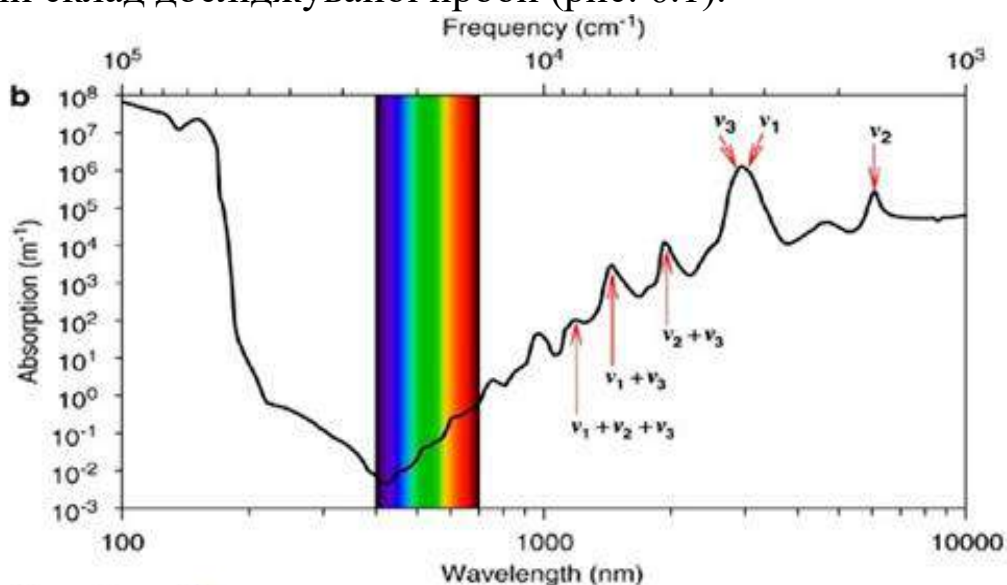


Рисунок 6.1 – Результат спектроскопічного аналізу речовини

Спектральні (оптичні) методи аналізу ґрунтуються на вимірюванні оптичних властивостей речовин (поглинання, розсіювання, відбиття, заломлення, поляризація, випромінювання світла), що виникають під час взаємодії речовини з електромагнітним випромінюванням.

Частинка речовини (атом, молекула) може перебувати тільки у певних енергетичних станах. Перехід частинки з одного стану в інший супроводжується випромінюванням чи поглинанням кванта світла – фотона. Кожному переходу відповідає *спектральна лінія* – сукупність усіх фотонів однієї частоти. Відбуватися можуть не всі переходи. Деякі з них заборонені правилами відбору. Найбільш імовірними є резонансні переходи – з першого збудженого рівня на основний і навпаки.

Основні характеристики спектральних ліній:

– *довжина хвилі* (λ , нм) або *частота* (ν) лінії використовуються для якісного аналізу і визначаються енергією переходу. Предметом нашого розгляду є оптичні методи аналізу, які використовують електромагнітне випромінювання оптичного діапазону, яке складається з ультрафіолетової, видимої і інфрачервоної сфер. Це випромінювання пов'язане з процесами, які відбуваються за участю зовнішніх (оптичних, валентних) електронів атомів, і з просторовою будовою молекул. В ультрафіолетовій та видимій ділянках як якісну характеристику використовують довжину хвилі (λ , нм або Å (в ангстремах, $1 \text{ Å} = 10^{-10} \text{ м}$)), а в інфрачервоній – хвильове число: величину, обернену до довжини (ν , см^{-1}).

– *Інтенсивність лінії* – кількісна характеристика. Вона визначається кількістю енергії, яку випромінює чи поглинає частинка за одиницю часу.

Випромінювання, яке складається з електромагнітних коливань певної довжини хвилі, називається *монохроматичним*. Частіше випромінювання складається з електромагнітних коливань різних довжин хвиль.

Залежно від типу взаємодії електромагнітних коливань з речовиною виникають спектри випромінювання і спектри поглинання.

Спектри випромінювання ($E_n > E_k$) поділяють на:

– емісійні спектри, що випускаються термічно збудженими частинками;

– спектри люмінесценції, які випускаються нетермічно збудженими частинками (під дією енергії електромагнітного випромінювання, електричного поля, енергії хімічної реакції та ін.).

Спектри поглинання (абсорбційні спектри) зумовлені переходами за $E_n < E_k$.

Залежно від природи частинок спектри поділяють на суцільні (безперервні), смугасті (молекулярні) та лінійчаті (атомні) (рис. 6.2).

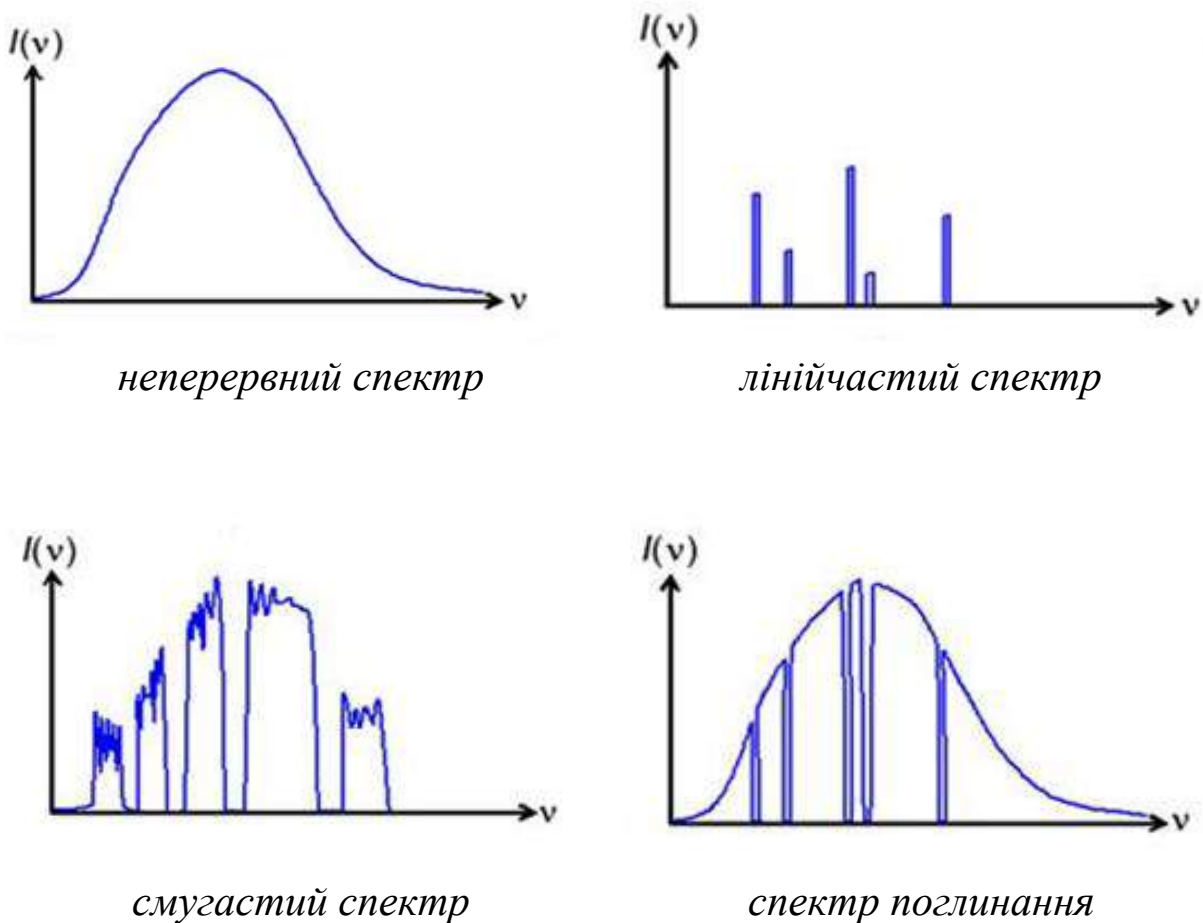


Рисунок 6.2 – Графічне відображення спектрів різних видів

Випромінювання суцільного спектра складається з сукупності електромагнітних хвиль, довжини яких змінюються безперервно. Смугастий спектр складається з декількох смуг, в межах яких довжини хвиль змінюються безперервно, розділених інтервалами відсутності випромінювання. Лінійчасті спектри характеризуються сукупністю випромінювання певних довжин хвиль.

Способи представлення спектра різні залежно від величин, які відкладаються по осі абсцис і ординат. По осі ординат відкладають оптичну густину (поглинальну здатність) A , логарифм оптичної густини, пропускання T (у частках або відсотках); по осі абсцис – довжину хвилі λ , частоту ν , хвильове число (рис. 6.3).

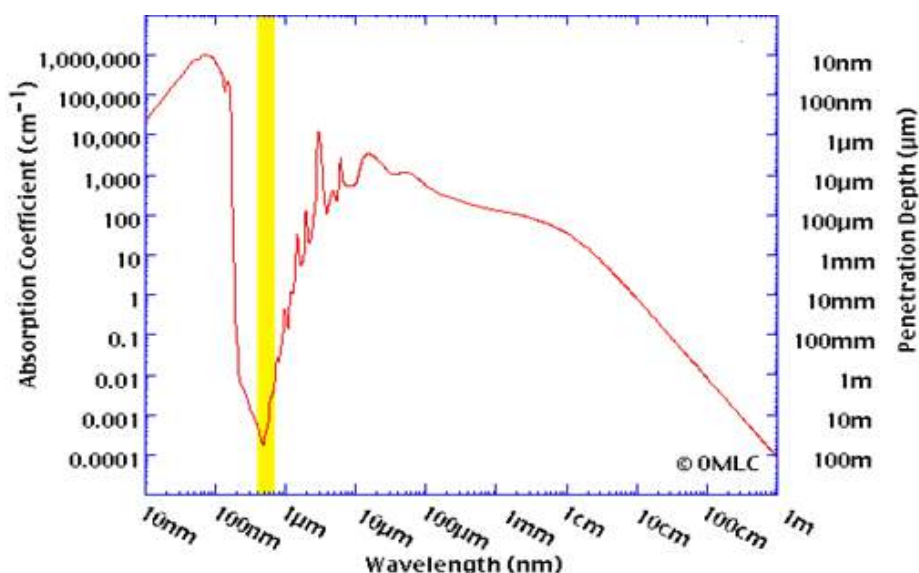


Рисунок 6.3 – Спектр поглинання води

Спектральний аналіз класифікують за метою аналізу та типами спектрів. Основні області електромагнітного випромінення, які використовуються у спектральному аналізі, діапазони величин енергії фотонів і назва відповідних фізичних процесів продемонстровані в табл. 6.1.

Таблиця 6.1 – Основні методи спектроскопії та відповідні фізичні процеси

Метод	Енергія фотонів, λ , м	Процес	Об'єкт
Радіочастотна (ЯМР, ЕПР)	10^{-1}	Зміна спінового стану ядер і електронів	Молекула
Мікрохвильова	10^{-1} – 10^{-3}	Зміна обертальних станів	Молекула (гази)
Інфрачервона	10^{-3} – 10^{-6}	Зміна коливних рівнів молекул	Молекула
Оптична, видима, УФ	10^{-6} – 10^{-8}	Зміна станів оптичних (валентних) електронів	Молекула, атом
Рентгенівська	10^{-8} – 10^{-10}	Зміна стану внутрішніх електронів	Молекула, атом
Ядерно-фізична (γ -випромінювання)	10^{-10} – 10^{-13}	Реакції ядер	Молекула, атом

Спектральний діапазон не має чітких меж і тому поділ спектра на діапазони вважається умовним.

За характером взаємодії випромінювання з речовиною розрізняють спектроскопію (рис. 6.4):

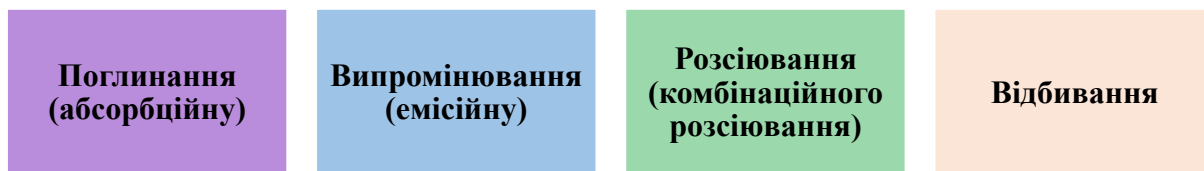


Рисунок 6.4 – Види спектроскопії за характером взаємодії випромінювання з речовиною

За досліджуваними об'єктами спектроскопію поділяють на *атомну і молекулярну*. В методах атомної спектроскопії виникають вузькі лінійчаті спектри, а в методах молекулярної – широкі слабоструктуровані спектри. Це визначає можливість їх застосування в аналізі та вимоги до вимірювальної апаратури.

За способом реєстрації спектру методи спектроскопії поділяють на візуальні, фотографічні та фотоелектричні.

За природою енергетичних переходів: електронні, коливальні та обертальні спектри.

У табл. 6.2 представлено класифікацію методів спектрального аналізу залежно від природи взаємодії електромагнітного випромінювання з речовинами, що аналізують.

В атомному спектральному аналізі визначають елементний склад зразка за атомними (іонними) спектрами випускання і поглинання.

Для усіх вищезазначених методів характерні: універсальність, висока чутливість, точність, швидкість. Методи дозволяють автоматизувати аналіз і є експресними, дозволяють виявити елемент у складі суміші речовин з масою близько 10^{-10} г.

Таблиця 6.2 – Класифікація методів спектрального аналізу залежно від природи взаємодії електромагнітного випромінювання з речовинами

Види спектрального аналізу		Методи, які відносять до такої групи
Абсорбційний спектральний аналіз	ґрунтується на вивченні поглинання речовиною, що аналізують, електромагнітних випромінювань від стороннього джерела	молекулярний спектральний аналіз (фотометрія) і атомноабсорбційний спектральний аналіз
Емісійний спектральний аналіз	в основі лежить вивчення електромагнітних випромінювань, які випромінюються речовиною, що аналізують, під дією високих температур або рентгенівських променів	атомноемісійний спектральний аналіз і рентгеноспектральний аналіз

Завдяки простоті й універсальності спектральний аналіз є основним методом контролю речовин у фармацевтичній та харчовій промисловості (визначення ступеня окиснюваності жиру в різних жиромісних продуктах (молоці, вершковому маслі та ін.); наявність пектинових і фарбувальних речовин; фенольні з'єднання у вині, чаї, каві, плодах і овочах; кофеїн, теобромін в чаї і каві; міоглобін у м'ясі; мікроелементи у всіх товарах). Метод використовується для визначення забарвлених і безбарвних розчинів, мінеральних елементів з концентрацією 10^{-2} – 10^{-6} %, різноманітних органічних сполук.

6.2. Молекулярно-абсорбційні методи аналізу

Молекулярно-абсорбційні методи аналізу ґрунтуються на поглинанні електромагнітних коливань оптичного діапазону молекулами досліджуваної речовини. Поглинання можна уявити як двостадійний процес: 1 – переведення молекули в електронно-збуджений стан ($M + h\nu \rightarrow M^*$); 2 – наступна релаксація ($M^* \rightarrow M + \text{теплота}$). Поглинання електромагнітного випромінювання молекулами здійснюється виключно якщо енергія фотона

дорівнює різниці енергій двох енергетичних рівнів (орбіталей) молекули. У такому випадку енергія кванта збігається з різницею енергій (ΔE) між квантовими енергетичними рівнями в збудженому (E_2) і початковому (E_1) станах поглинаючої молекули:

$$h\nu = \Delta E = E_2 - E_1, \quad (6.1)$$

де h – постійна Планка; ν – частота випромінювання, що поглинається.

У молекулярному спектральному аналізі молекулярний склад речовини визначається за молекулярними спектрами поглинання, випускання, відбиття, люмінесценції комбінаційного розсіювання світла.

Люмінесценція («холодне світіння») – нетеплове світіння речовини, що відбувається після поглинання нею енергії збудження. Люмінесценція проявляється здебільшого за більш низьких температур, тому що не використовує теплову енергію випромінюючої системи.

Розрізняють флуоресцентний, фосфоресцентний і хемілюмінесцентний аналізи.

Флуоресценція – це короткотривала люмінесценція, утворення люмінесціюючих комплексних сполук елементів з органічними реагентами. Тривалість існування такого збудженого стану становить 10^{-8} с. Виникає внаслідок опромінення речовини світлом, іонізуючим випроміненням, під час хімічних реакцій.

Фосфоресценція має велику селективність, оскільки лише деякі катіони утворюють із органічними реагентами фосфоресціюючі комплекси.

Хемілюмінесценція – заснована на світінні, що виникає в результаті окисно-відновних реакцій органічних речовин із катіонами перехідних металів. Межа виявлення 10–7 %. Застосування лазерів дозволяє знизити межі виявлення елементів до 10–13 %.

Багато форм природної люмінесценції здавна відомі як пристосувальна реакція організмів до зовнішніх факторів: світіння комах (світлячки), світіння морських риб і планктону, полярне сяйво, світіння дерева, що гниє, та інших органічних речовин під час розкладання.

Існує багато штучних способів збудження люмінесценції. Тверді та рідкі речовини, здатні люмінесцювати, називають люмінофорами.

Залежно від ділянки оптичного діапазону, способу вимірювання та монохроматичності світла розрізняють кілька методів молекулярно-абсорбційного аналізу (рис. 6.5).



Рисунок 6.5 – Класифікація методів молекулярно-абсорбційного аналізу

Підвалинами молекулярної спектрометрії фізично є закони поглинання і випромінювання (іноді їх називають законами світлопоглинання).

Вивчаючи поглинання світла розчинами, німецький фізик, математик та хімік Август Бер установив, що коефіцієнт поглинання k пропорційний концентрації поглинаючої речовини:

$$k = E \cdot C, \quad (6.2)$$

де E – молярний коефіцієнт поглинання, що не залежить від концентрації; C – концентрація речовини.

Якщо світловий потік пропустити через кювету з розчином (рис. 6.6), який поглинає світло, то вихідний світловий потік буде менш інтенсивним, ніж вхідний.

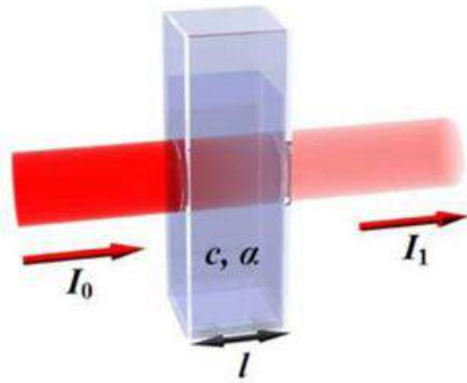


Рисунок 6.6 – Проходження світлового потоку через кювет

Виділяють три основні закони світлопоглинання: Бугера-Ламберта; Бера; універсальний закон Бугера-Ламберта-Бера.

Закон Бугера-Ламберта. Відносна кількість світла, яке поглинається, при пропусканні через середовище не залежить від інтенсивності початкового випромінювання. Кожен шар рівної товщини поглинає рівну частку монохроматичного потоку випромінювання, який проходить. Математично це виражається так:

$$I = I_0 \times 10^{-xl} \gg I/I_0 = 10^{-xl}, \quad (6.3)$$

де I_0 – інтенсивність потоку випромінювання, що входить у розчин; I – інтенсивність потоку випромінювання, який виходить з розчину; l – товщина шару розчину, через який проходить монохроматичне світло; x – коефіцієнт поглинання.

Закон Бера. Поглинання потоку випромінювання прямо пропорційне числу частинок речовини, що поглинає, через яку проходить цей потік випромінювання. Закон Бера виражає залежність коефіцієнта поглинання від концентрації речовини в однорідному розчині.

$$X = \varepsilon \cdot C, \quad (6.4)$$

де ε – молярний коефіцієнт світлопоглинання; C – молярна концентрація розчину.

Універсальний закон Бугера-Ламберта-Бера. Оптична густина прямо пропорційно залежить від концентрації речовини та від товщини шару розчину.

$$D = \lg(I_0/I) = k \cdot l \cdot C, \quad (6.5)$$

де D – оптична густина (абсорбція); I_0 – вихідна інтенсивність збуджуючого світла; I – інтенсивність світла, що пройшло через зразок; k – коефіцієнт поглинання; l – товщина шару поглинання; C – концентрація елемента, який визначається.

Закон Бугера-Ламберта-Бера діє для сильно розбавлених розчинів за умови, що через них пропускають монохроматичне світло.

Якісний аналіз за спектрами поглинання ґрунтується на їх властивостях:

1. Немає двох речовин, які б мали абсолютно однаковий спектр поглинання. Тому якісний аналіз (ідентифікацію) речовин проводять шляхом порівняння спектра досліджуваної речовини зі спектрами відомих індивідуальних речовин, одержаних в однакових умовах.

2. Кількість смуг поглинання залежить від числа активних коливань у молекулі. Чим більше атомів у молекулі, тим більша кількість активних коливань.

3. Експериментально досліджено, що деякі функціональні групи в складі молекул мають характерні смуги поглинання великої інтенсивності, які мало залежать від загальної будови молекул. Такі смуги поглинання називають характеристичними або груповими.

Відхилення від закону Бугера-Ламберта-Бера:

- монохроматичність випромінювання;
- вплив сторонніх речовин (зміщення максимумів поглинання під дією молекул домішок або розчинника);
- перебіг у розчині реакцій дисоціації забарвлених речовин;
- гідроліз забарвлених речовин;
- недостатня стабільність забарвлених комплексів;
- вплив рН середовища.

Схема приладів для вимірювання спектра поглинання.

Кожний абсорбційний спектральний прилад уміщує такі необхідні частини (рис. 6.7).



Рисунок 6.7 – Принципова схема молекулярно-абсорбційного приладу

1. *Джерело випромінювання.* Спектрофотометр UV / VIS (ультрафіолет + видиме світло) має два джерела світла: джерело для видимої ділянки спектра і джерело ультрафіолету – від 200 до 390 нм. Джерелом видимого світла є вольфрамова здебільшого галогенна лампа, що дає постійний потік світла в діапазоні 380–950 нм, будучи стабільним довговічним джерелом світлової енергії із середнім терміном служби більше 500 год. Як джерело УФ використовуються водневі або дейтерієві лампи. Ультрафіолетові лампи, що містять дейтерій, мають високу інтенсивність випромінюваного потоку і безперервний спектр у діапазоні від 200 до 360 нм.

2. *Монохроматор* призначений для виділення з суцільного спектра джерела випромінювання вузького інтервалу довжин хвиль. Для ультрафіолетової області – кварцеві призми, світлофільтри; для видимої – скляні призми, світлофільтри. Для інфрачервоної – призми з LiF, NaCl, KBr, CaF₂.

В усіх сферах використовують дифракційні решітки – ретельно відполірована пластинка (наприклад, із алюмінію), на яку нанесено багато паралельних штрихів (заглибин) – 15 000–30 000 шт. на дюйм. Штрихи призначені для розсіювання променів, які падають на решітку.

3. *Пристрій для розміщення досліджуваного зразка.* Тверді прозорі зразки використовують безпосередньо у вигляді плоскопаралельних пластинок, розташованих перпендикулярно променю світла, що падає. Якщо зразки малопрозорі, їх подрібнюють і змішують з матеріалом, прозорим у цій області спектра.

Рідкі зразки, розчини і гази поміщують у кювети, які мають бути прозорі в досліджуваному діапазоні довжин хвиль. Для виготовлення кюветів використовують матеріали: в приладах для фотометрії, які працюють у видимій області спектра – скло і

кварц, для роботи в ультрафіолетовому діапазоні використовують кварцове скло чи кварц, а для роботи в ІЧ-діапазоні – кювети з віконечками із кристалів солей, наприклад, NaCl, LiF, KBr.

За двопрменевої схеми один з променів пропускають через кювету, заповнену чистим розчинником або речовиною, яка складає основну частину зразка, а другий – через досліджувану речовину.

4. *Детектор* – пристрій, який перетворює інтенсивність падаючого випромінювання в сигнал, зручний для реєстрування. Для ультрафіолетового і візуального діапазону використовують переважно фотоелементи. В інфрачервоному діапазоні використовують термоелементи або болометри. Ці фотоперетворювачі дають електричний сигнал, який надходить на реєстратор.

5. *Реєстратори* – пристрої, які фіксують сигнал детектора на стрілочних або цифрових вимірювальних приладах.

Для кількісного аналізу треба визначити оптичну густину в певному вузькому спектральному діапазоні. Найчастіше кількісний аналіз проводять у видимій та ультрафіолетовій областях. Якщо використовується візуальна детекція – прилади називаються фотоколориметрами, якщо фотоелектрична – фотоелектроколориметрами. **Фотоколориметрія** – базується на порівнянні інтенсивності забарвлення забарвленого розчину і стандартного забарвлення розчину відомої концентрації.

Щоб одержати точні і відтворювані результати аналізу, забарвлені речовини повинні задовольняти таким вимогам:

- забарвлення повинно бути стабільним у часі;
- утворювана сполука повинна мати постійний склад;
- незалежність забарвлення від рН розчину, якщо така залежність існує, підтримують необхідне значення рН за допомогою буферних розчинів.

При використанні фотоколориметрів з візуальною детекцією порівняння забарвлення досліджуваного і стандартного розчинів може здійснюватися такими способами:

1. *Метод стандартних серій*. Готують серію стандартних розчинів з певним кроком за концентрацією речовини, яку визначають. Наливають їх у кювети з однаковою довжиною поглинаючого шару. Досліджуваний розчин наливають у таку ж кювету і

вибирають два кювети зі стандартними розчинами, інтенсивність кольору в яких більше і менше інтенсивності кольору досліджуваного розчину. Концентрація речовини в досліджуваному розчині перебуває в межах концентрацій цих стандартних розчинів.

2. *Метод розбавлення.* У два кювети з однаковою довжиною поглинаючого шару наливають досліджуваний і стандартний розчини так, щоб інтенсивність забарвлення стандартного розчину була меншою, ніж досліджуваного. Проводять розбавлення досліджуваного розчину об'ємом V_0 до вирівнювання забарвлення і вимірюють кінцевий об'єм досліджуваного розчину – V_x . Концентрацію речовини розраховують за формулою:

$$C_x = C_{cm} \cdot V_x / V_0. \quad (6.6)$$

3. *Метод зміни довжини поглинаючого шару.* В два кювети наливають досліджуваний і стандартний розчини так, щоб інтенсивність забарвлення стандартного розчину була меншою, ніж досліджуваного. Занурюючи скляний стержень у кювет з досліджуваним розчином, зменшують довжину поглинаючого шару l_x до вирівнювання його забарвлення із забарвленням стандартного розчину з довжиною шару l_{cm} . Концентрацію розраховують за формулою:

$$C_x = C_{cm} \cdot l_{cm} / l_x. \quad (6.7)$$

Фотоелектроколориметричні методи аналізу використовують для вимірювання абсорбційності вирівнюванням фотострумів, які виникають від освітлення фотоперетворювачів світлом, яке пройшло через кювети з досліджуваним розчином і розчином порівняння.

Розробка фотоколориметричної методики передбачає такі етапи:

– вибір довжини хвилі світла; бажано, щоб довжина хвилі відповідала максимальному значенню екстинції (extinctio – гасіння, ослаблення пучка світла при його поширенні в речовині за рахунок спільної дії поглинання світла і розсіювання світла) даної забарвленої речовини;

– вибір світлофільтра: а) максимум пропускання світлофільтра повинен відповідати максимуму поглинання речовини; б) якомога менша ширина пропускання світлофільтра, щоб випромінювання було близьке до монохроматичного;

– вибір розміру кюветів: довжина кюветів має бути така, щоб абсорбційність була в межах 0,4–1 (досягається найменша похибка визначення концентрації);

– вибір розчину порівняння: для більшої точності абсорбційність розчину порівняння повинна бути близькою до абсорбційності досліджуваного розчину;

– спосіб приготування стандартних розчинів має бути ідентичним до способу приготування досліджуваних розчинів.

Способи визначення концентрації речовин за результатами фотометрії:

1. *Метод градуйованого (калібрувального) графіка:* готують

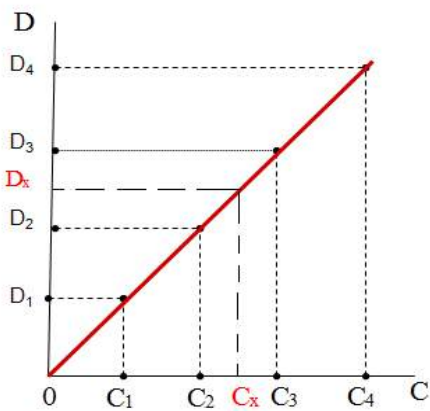


Рисунок 6.8 –
Градуирований графік

4–6 стандартних (еталонних) розчинів із відомою концентрацією досліджуваної речовини C ; за певних світлофільтру і товщини кюветів вимірюють оптичну густину кожного стандартного розчину щодо розчину порівняння, а також розчину, що досліджують (D_x); для стандартних розчинів будують градуйований графік залежності оптичної густини від концентрації $D = f(C)$ (рис. 6.8) і по D_x знаходять C_x .

2. *Метод порівняння оптичної густини стандартного розчину ($D_{ст}$) і розчину, що досліджують (D_x).* Цей метод розрахунку концентрації речовин застосовується лише, коли відомо, що закон Бугера-Ламберта-Бера виконується беззаперечно.

3. *Метод домішок.* Цей метод застосовується для усунення впливу домішок.

Прилади для вимірювання абсорбції випромінювання отримали загальну назву **фотометри**. Якщо в фотометричних приладах використовується візуальна детекція, вони називаються **колориметрами**, якщо використовується фотоелектрична детекція – **фотоелектроколориметрами** і **спектрофотометрами**. Основна відмінність спектрофотометра від фотоколориметра полягає у можливості пропустити через досліджуваний зразок світловий потік будь-якої необхідної довжини хвилі, проводити фотометричні вимірювання, скануючи (переглядаючи) весь діапазон довжин хвиль не тільки видимого (VIS) світла – від 380 до 750 нм, але і ближнього ультрафіолету (UV) – від 200 до 380 нм (рис. 6.9 – рис. 6.12).

Фотоколориметри – прилади, призначені для визначення кількості забарвленої речовини шляхом вимірювання величин поглинання і пропускання у видимій частині електромагнітного спектра.

Перед тим, як приступити до роботи з фотометром або спектрофотометром, необхідно уважно вивчити правила роботи та інструкцію.



Рисунок 6.9 –
Спектрофотометр
PD-303S, Apel



Рисунок 6.10 –
Спектрофотометр V-1150

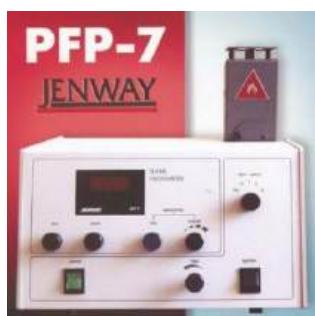


Рисунок 6.11 –
Спектрофотометр
PD-303S, Apel



Рисунок 6.12 – FT-IR
спектрометр серії 6000
фірми Jasco

6.3. Атомно-абсорбційний спектральний аналіз

Метод аналізу, який проводиться за селективним поглинанням світла атомами речовини, переведеної в атомарний газоподібний стан. Випромінювання від джерела світла, проходячи через пари речовини на частотах, які збігаються з частотою переходу електрона з основного рівня на найбільш близький до нього, поглинається (резонансна лінія), а за ступенем послаблення інтенсивності спектральних ліній елемента, що досліджується, визначають його концентрацію у зразку. Інтенсивність поглинання світла за методом атомної абсорбції визначається за законом Бугера-Ламберта-Бера (формула 6.5). Коефіцієнт поглинання k пропорційний імовірності резонансного переходу, що не залежить від температури.

Для атомізації проби необхідна температура $\sim 2\,000\text{--}3\,000\text{ }^\circ\text{C}$. У цьому температурному інтервалі застосовуються атомізатори полуменеві, електротермічні, а також ВЧ- і НВЧ-розряд, але найчастіше – полуменеві, які працюють на суміші ацетилен-оксид азоту (I). У цьому температурному інтервалі понад 90 % атомів перебувають не у збудженому стані, тому інші атоми і молекули не можуть вплинути на коефіцієнт поглинання.

Як джерела випромінювання використовують лампи з порожнистим катодом, безелектродні газорозрядні лампи, лазер.

Суттєвим недоліком методу атомної абсорбції, порівняно з методом атомно-емісійного спектрального аналізу, є неможливість одночасного виявлення у пробі кількох елементів і необхідність їх послідовного визначення.

Методика проведення атомно-абсорбційного аналізу, порівняно з іншими методами атомного спектрального аналізу, значно простіша і дає змогу визначати до 70 елементів з чутливістю $\sim 10^{-4}\text{--}10^{-9}\%$ маси не тільки низьких, але й високих концентрацій у пробах.

Один з найсучасніших різновидів оптичних методів аналізу – метод атомно-абсорбційної спектроскопії (рис. 6.13, рис. 6.14) вважається одним із найбільш селективних, експресних, продуктивних, точних і водночас порівняно дешевих методів. Можливості значною мірою визначаються типом атомізатора, до яких належать: полум'яний атомізатор (ПА); електротермічний атомізатор (ЕТА); спеціальні атомізатори (для деяких елементів із особливими властивостями).

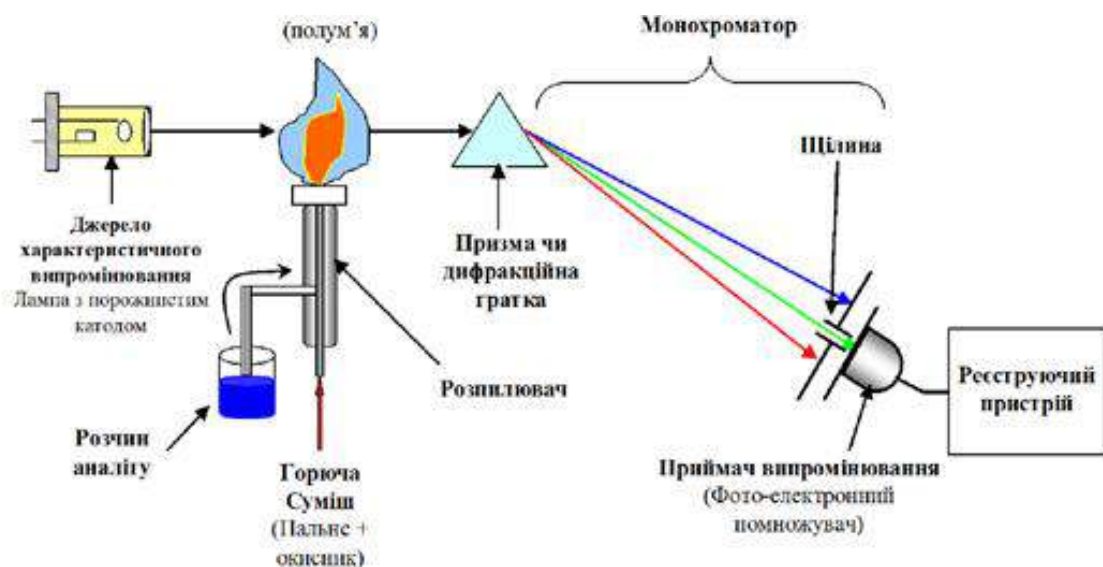


Рисунок 6.13 – Схема класичного атомно-абсорбційного спектрометра

Застосування атомізаторів у цьому методі:

- електротермічний атомізатор використовують за обмежених кількостей проби, а також за низьких концентрацій (нг/мл) речовини, що визначають у пробі, що підлягає аналізу;
- полум'яний атомізатор використовують для аналізу розчинів з порівняно високою концентрацією речовини, що визначають (мкг/мл, мг/мл), і більшого об'єму;
- для визначення Hg використовують «метод холодної пари»;
- для ряду елементів кращі результати отримують під час генерації гідридів.



Рисунок 6.14 – Атомно-абсорбційний спектрометр Analytik Jena Contraa 300

6.4. Емісійний спектральний аналіз

Емісійний спектральний аналіз ґрунтується на вивченні спектра випромінювання атомів досліджуваного зразка. Випромінювання зумовлене процесами, які проходять в атомах, збуджених тепловою або електричною дією, або внаслідок поглинання електромагнітних коливань. Процеси збудження атомів відбуваються за участю електронів зовнішніх електронних оболонок.

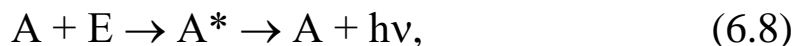
Під час зіткнення атома з іншими атомами, іонами, електронами проходить обмін енергією, внаслідок якого атом може дістати надлишкову енергію. Якщо атом не віддасть надлишкову енергію шляхом зіткнень з іншими частинками, він може перейти в збуджений стан. Збуджений стан атома характеризується тим, що один або декілька його електронів перебувають на орбітах із більшим значенням енергії.

В одному акті збудження бере участь переважно один електрон зовнішньої або недобудованої внутрішньої орбіталі. Такі електрони називають оптичними.

Згідно з квантовою теорією перехід електрона на вищій енергетичний рівень відбувається тоді, коли надлишкова енергія, надана атомові, рівна або більша різниці енергій рівнів, між якими відбувається перехід.

Для переходу атома на більш високий енергетичний рівень йому необхідно передати енергію, яка називається потенціалом збудження. Найменша енергія, необхідна для відриву від незбудженого атома його зовнішнього валентного електрона, називається потенціалом іонізації (енергія збудження).

Загальну схему атомної емісії можливо представити схемою:



де A – атом елемента; E – енергія, яку поглинає атом; A^* – збуджений атом; $h\nu$ – виділений квант світла.

У збудженому (нестійкому) стані атом може перебувати дуже короткий час ($\approx 10^{-7}$ – 10^{-8} с) і завжди прагне повернутися в нормальний не збуджений стан (табл. 6.3). Якщо за цей час атом не віддає надлишкову енергію шляхом зіткнень, він випромінює

фотон. За цих обставин електрон з вищого енергетичного рівня переходить на один із нижчих рівнів або на нормальний рівень. Енергія випромінюваного фотона точно дорівнює різниці енергій рівнів, між якими відбувається перехід.

Перехід електрона з найменшого збудженого рівня на нормальний називається резонансним. Лінію, яка при цьому випромінюється, також називають резонансною. Резонансні переходи найбільш ймовірні за низької енергії збудження, тому резонансні лінії в цих умовах мають найбільшу інтенсивність. За великої енергії збудження кількість збуджених атомів може зменшуватися за рахунок їх іонізації, інтенсивність резонансних ліній теж може зменшуватися.

Аналітичним сигналом емісійної спектроскопії є спектри випромінювання атомів, які одержуються внаслідок атомізації об'єкта аналізу.

Таблиця 6.3 – Джерела збудження емісійних (атомних) спектрів

Джерело збудження спектра	Температура, К	Необхідний для аналізу стан проби
Полум'я	2 000–3 000	розчин
Електрична дуга постійного струму	4 000–7 000 залежить від матеріалу електрода	твердий електропровідний матеріал, розчин, порошок
Електрична дуга змінного струму	регульований нагрів електродів	тверді тіла, порошок, розчин
Високовольтна конденсована іскра	10 000–30 000	тверді електропровідні (аналіз поверхні), розчини
Високочастотна індуктивно-збуджена плазма	8 000–10 000	розчини

Оскільки довжини хвиль, які випромінюються атомом, залежать від його будови і не залежать від кількості атомів, якісним параметром спектра є довжини хвиль у спектрі зразку. Інтенсивність лінії певної довжини хвилі залежить від кількості атомів певного елемента в зразку і використовується як кількісний параметр аналітичного сигналу.

Атомно-емісійний метод є багатоелементним методом аналізу якості хімічних речовин, наприклад, у фармацевтичному виробництві, лікарської сировини за наявністю в ній важких металів (Zn, K, Mg, Mn, Fe і т.д.), що мають певну фармакологічну дію, та особливо небезпечних елементів, таких як As, F, Hg.

Атомно-абсорбційний аналіз ґрунтується на залежності аналітичного сигналу від концентрації речовини (закон Бугера-Ламберта-Бера).

Якісний емісійний спектральний аналіз полягає у визначенні довжини хвилі спектральної лінії і виявленні елемента, якому вона належить за таблицями спектральних ліній, де для кожного елемента наведені довжини хвиль, їх потенціали збудження, належність ліній нейтральному атому (I), однозарядному (II), двозарядному (III) чи іншим іонам, відносній інтенсивності ліній для різних джерел збудження. Таблиці спектральних ліній розташовані як за довжинами хвиль, так і за елементами.

Спектри елементів складаються з багатьох ліній різної інтенсивності. Якщо метою аналізу є пошук певних елементів у зразку, в спектрі зразка шукають останні лінії елементів. Останні лінії – це найбільш чутливі лінії елементів, які зникають останніми під час зменшення концентрації елемента в зразках.

Кількісний аналіз в емісійному спектральному аналізі. Кількісним параметром в емісійному спектральному аналізі є інтенсивність будь-якої лінії визначуваного елемента. Інтенсивність лінії певної довжини хвилі безпосередньо залежить від кількості атомів цього елемента, які перебувають у відповідному збудженому стані і ймовірності переходу, що зумовлює випромінювання цієї хвилі. Ймовірність переходу є величиною постійною, кількість збуджених атомів залежить від концентрації елемента в зразку й умов збудження (температури і геометричних розмірів джерела збудження, швидкості випаровування матеріалу зразка, наявності інших елементів у зразку).

6.4.1. Емісійна фотометрія полум'я

Метод емісійного спектрального аналізу заснований на термічному збудженні атомів у низькотемпературному полум'ї. Температура полум'я залежить від газів, які застосовуються для утворення полум'я: ацетилен – повітря 2 200 °С, пропан-бутан – повітря 1 900 °С. Речовина, що досліджується, у полум'я вводиться у вигляді розчину розпилюванням. Інтенсивність випромінювання атомів I пропорційна їх концентрації у полум'ї, яка також пропорційна їх концентрації у розчині C :

$$I = k \cdot C. \quad (6.9)$$

6.4.2. Полум'яно-фотометричний аналіз

Метод емісійної фотометрії полум'я полягає у вимірюванні інтенсивності світла, яке випромінюється збудженими частинками (атомами чи молекулами) під час використання газового полум'я як джерела збудження.

За порівняно низької температури полум'я в ньому збуджуються атоми з невисокими потенціалами збудження (в основному – це атоми лужних і лужноземельних елементів), випромінюючи під час цього не всі можливі лінії. Оскільки спектр випромінювання містить малу кількість ліній, то немає необхідності використовувати диспергувальний елемент з великою розподільною здатністю. Достатньо між полум'ям і рецептором розташувати світлофільтр, який пропускав би випромінювання визначуваного елемента в ділянці, де немає випромінювання інших елементів. Використання світлофільтрів дозволяє відмовитися від складної оптичної системи, що спрощує конструкцію приладів і збільшує їх чутливість.

Аналізований розчин розпилюється у полум'я у вигляді аерозолю. Випромінювання визначуваного елемента, що виникає у цьому випадку, відділяється за допомогою світлофільтра, потрапляє на фотоелемент, викликаючи фотострум, який вимірюється мікроамперметром (рис. 6.15).

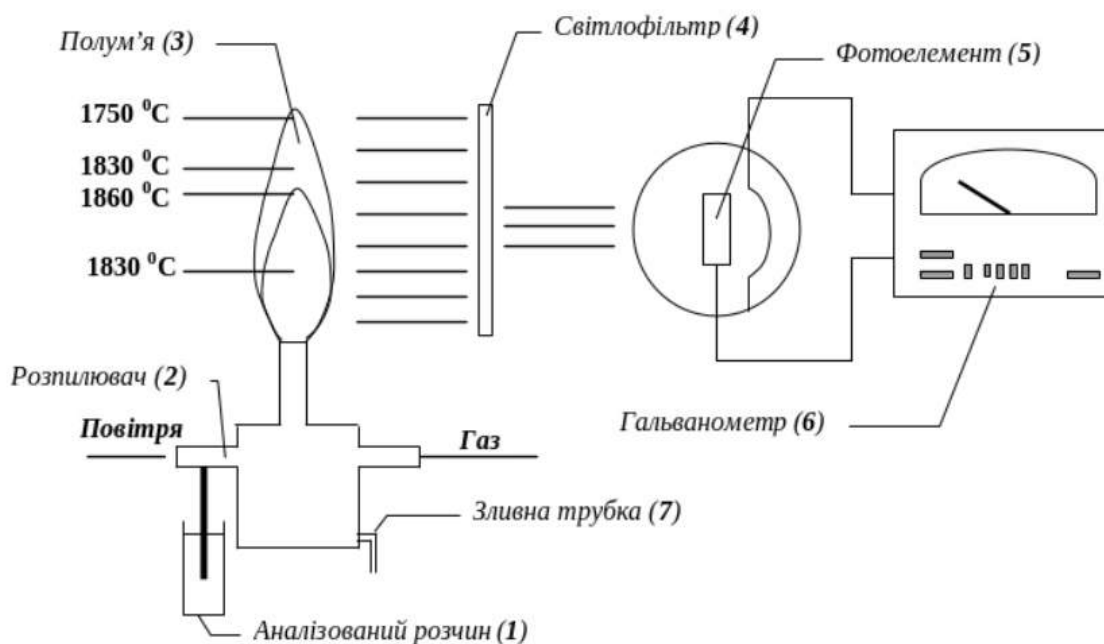


Рисунок 6.15 – Принципова схема будови полум'яного фотометра

Стабільність полум'я як джерела збудження дозволяє для кількісного визначення використовувати просте і точне пряме калібрування – метод калібрувального графіка або метод добавок.

Полум'яна фотометрія – оптичний метод кількісного елементного аналізу за атомними спектрами випускання. Для одержання спектрів речовину, що аналізують, переводять у пари, що складаються з атомів досліджуваної речовини, які є в полум'ї.

Термічна полум'яна фотометрія – різновид атомного емісійного спектрального аналізу. У методі розчин, що аналізується, у вигляді аерозолу вводять у полум'я горючої суміші повітря або N_2O з вуглеводнями (пропаном, бутаном, ацетиленом). За такої умови розчинник і солі металів випаровуються та відбувається дисоціація на вільні атоми. Атоми металів, що утворювали молекули оксидів і гідроксидів, збуджуються й випромінюють світлову енергію. Зі спектра випускання виділяють характерну для конкретного елемента лінію за допомогою світлофільтра або монохроматора і вимірюють її інтенсивність, яка слугує мірою концентрації цього елемента.

Оскільки розчини однієї забарвленої речовини за однакової концентрації і товщини шару поглинають рівну кількість світлової енергії, то, порівнюючи покази чутливого гальванометра у фотоелектроколометрі (ФЕК) під час вимірювання поглинання

стандартного та досліджуваного розчинів, можна за калібрувальною кривою або за законом Бугера-Ламберта-Бера визначити концентрацію речовини в зразку, що аналізується.

Приборами емісійного спектрального аналізу можна виконувати якісні, напівкількісні і кількісні визначення (рис. 6.16, рис. 6.17). Метод найбільш розповсюджений у геології, машинобудуванні, для аналізу продуктів металургійного виробництва.



Рисунок 6.16 – Полум'яний фотометр Sherwood Scientific – модель 360



Рисунок 6.17 – Автоматизований полум'яний фотометр Sherwood Scientific Модель 410

Питання для самоконтролю

1. $D = \lg(I_0/I) = k \cdot l \cdot C$ – це запис закону:

- а) Бугера-Ламберта;
- б) Бера;
- в) універсальний закон Бугера-Ламберта-Бера.

2. Щоб одержати точні і відтворювані результати аналізу під час фотоколориметрії, забарвлені речовини повинні задовольняти такі вимоги:

- а) забарвлення повинно бути стабільним у часі;
- б) утворювана сполука повинна мати постійний склад;
- в) незалежність забарвлення від рН розчину, якщо така залежність існує, підтримують необхідне значення рН за допомогою буферних розчинів;
- г) забарвлення має бути концентрованим.

3. Люмінесцентний аналіз, заснований на світінні, що виникає в результаті окисно-відновних реакцій органічних речовин з катіонами перехідних металів:

- а) флуоресцентний;
- б) фосфоросцентний;
- в) хемілюмінесцентний.

4. Прилади для вимірювання абсорбції випромінювання отримали загальну назву _____ .

5. Залежно від природи частинок спектри поділяють на:

- а) суцільні (безперервні);
- б) смугасті (молекулярні);
- в) лінійчаті (атомні);
- г) ступінчасті.

6. Прилади, призначені для визначення кількості забарвленої речовини шляхом вимірювання величин поглинання і пропускання у видимій частині електромагнітного спектра _____ .

7. Методи спектрального аналізу дозволяють виявити елемент у складі суміші речовин з масою близько ____ г.

8. Підібрати пару:

- 1) абсорбційний спектральний аналіз;
- 2) емісійний спектральний аналіз;
- а) ґрунтується на вивченні поглинання речовиною, що аналізують, електромагнітних випромінювань від стороннього джерела;
- б) в основі лежить вивчення електромагнітних випромінювань, які випромінюються речовиною, що аналізують, під дією високих температур або рентгенівських променів.

9. Способи визначення концентрації речовин за результатами фотометрії:

- а) метод градуйованого (калібрувального) графіка;
- б) метод порівняння оптичної густини стандартного розчину і розчину, що досліджують;
- в) метод домішок.

10. У збудженому (нестійкому) стані атом може перебувати досить короткий час _____ (с) і завжди прагне повернутися у нормальний незбуджений стан.

Тема 7. Електрохімічні методи аналізу

7.1. Загальна характеристика методів електрохімічного аналізу

Електрохімічні методи аналізу (ЕХМА) – це сукупність методів кількісного та якісного аналізу речовин у газуватому, рідкому (у розчинах і розплавах) або твердому стані, що ґрунтуються на вимірюванні процесів, які відбуваються на електродах та у міжелектродному просторі.

Електрохімічні процеси в розчині супроводжуються появою або зміною різниці потенціалів між електродами або зміною величини струму, що проходить через розчин. ЕХМА засновані на вимірюванні електричних параметрів електрохімічних явищ (сили струму, напруги, електричної провідності, кількості електрики, потенціалу електроду, ємності, електричного опору, діелектричної проникності), величини яких пов'язані з концентрацією досліджуваної речовини в розчині. Ці параметри і є аналітичними сигналами ЕХМА.

Електрохімічні вимірювання проводяться з використанням *електрохімічної комірки* – електрохімічного пристрою, що слугує для проведення електрохімічних реакцій і являє собою посудину з електролітом, в якій занурені як мінімум 2 електроди (катод і анод) (рис. 7.1).

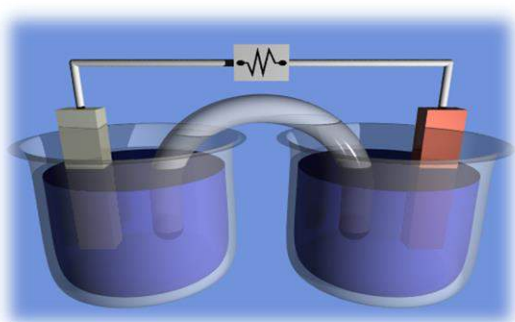


Рисунок 7.1 – Електрохімічна комірка

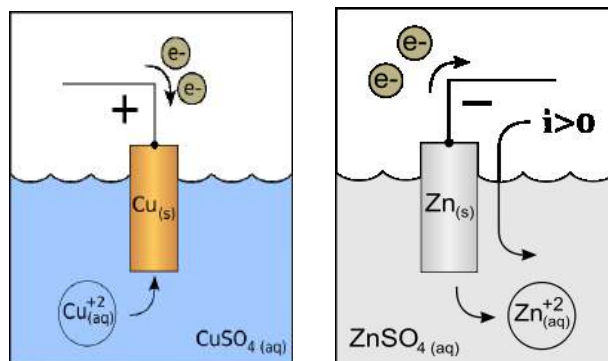


Рисунок 7.2 – Катод і анод електрохімічної комірки

Електроліт – речовина, в якій носіями струму є позитивні та негативні іони. *Катод* – електрод, на якому відбувається процес відновлення; *анод* – електрод, на якому відбувається процес окиснення (рис. 7.2).

Під час проведення електрохімічних робіт конструкцію доповнює електрод порівняння, також до складу приладу можуть входити інші допоміжні електроди, наприклад, індикаторний електрод.

Індикаторний електрод – це електрод, потенціал якого залежить від активності (концентрації) іонів, що визначаються у розчині (рис. 7.3).

Електрод порівняння складається з фаз постійного хімічного складу і характеризується відомим, постійним потенціалом, який не залежить від складу досліджуваного розчину. На практиці використовують *нормальний водневий електрод* із концентрацією сульфатної кислоти 1 моль-екв/л та інші електроди порівняння, які відповідають вимогам відтворюваності, мають просту конструкцію та малі розміри, придатні для вимірювання у водних і неводних розчинах, а їхні потенціали виміряні (рис. 7.4).

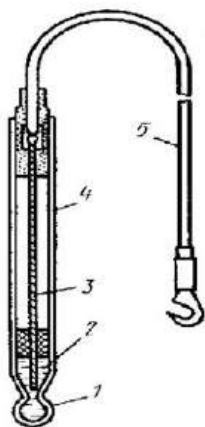


Рисунок 7.3 – Схема індикаторного скляного електрода:

- 1 – скляна рН-чутлива мембрана;
- 2 – 0,1 М розчин HCl;
- 3 – хлоросрібний електрод порівняння;
- 4 – скляна трубка;
- 5 – контакт для підключення до рН-метра

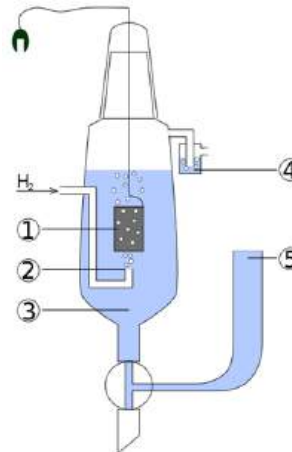


Рисунок 7.4 – Схема стандартного водневого електрода:

- 1 – платиновий електрод;
- 2 – газоподібний водень, що підводиться;
- 3 – розчин кислоти;
- 4 – водяний затвор;
- 5 – електролітичний міст

Те, як працює електрохімічна комірка, залежить від її типу: гальванічна чи електролітична. Електрохімічну комірку, яка працює самовільно і дає струм (за рахунок хімічної реакції), називають *гальванічним елементом*. Електрохімічну комірку, яка споживає струм, називають *електролітичною коміркою*.

Умовою для створення електрохімічної комірки, призначеної для використання в ролі джерела електроживлення, є те, що на два електроди, які занурені в електроліт, він (електроліт) має створювати різну хімічну дію, унаслідок чого буде утворюватися струм, який можна виміряти амперметром.

Схематично зображати електрохімічну комірку можна так: $M_1 | M_1X | M_2X | M_2$ – у випадку, коли розчини M_1X і M_2X безпосередньо в контакт (злиті разом); $M_1 | M_1X || M_2X | M_2$ – у випадку, коли розчини M_1X і M_2X з'єднані сольовим містком. Зауважимо, що замість формул сполук, які є в розчинах, можна записувати тільки потенціал-визначаючі іони. Наприклад, схема гальванічного елемента, який складається зі стандартного водневого та мідного електродів, може бути записана: $Pt, H_2 | H^+ || Cu^{2+} | Cu$.

Сольовий місток – це U-подібна трубка, наповнена концентрованим розчином електроліту (здебільшого використовують KCl , KNO_3 , NH_4NO_3 тощо) і опущена своїми кінцями (покриті гелем, проникним для іонів, але непроникним для води) в два інших електроліти, які є складовими частинами електрохімічної комірки. Для позначення сольового містка застосовують символ « $||$ ».

Основними електричними параметрами електрохімічних комірок є сила струму (А); потенціал, різниця потенціалів або напруга (В). Сила струму визначається швидкістю електродних реакцій. Потенціал визначається хімічною енергією процесів, що відбуваються у комірці.

Ступінь перебігу фізичних і хімічних процесів можна визначити вимірюванням напруги, сили струму, електричного опору, електричного заряду чи рухливості заряджених частинок в електричному полі.

До переваг електрохімічних методів аналізу належать:

- низька межа виявлення ($1-1 \cdot 10^{-9}$ моль/дм³);
- вибірковість, що наближається до селективності;
- відсутність суб'єктивної похибки людини;

- титрування забарвлених і каламутних розчинів;
- можливість послідовного титрування з одного розчину декількох елементів, якщо їх потенціали відрізняються один від одного на 0,2–0,3 В;
- швидкість виконання аналізу;
- легкість автоматизації та можливість дистанційного управління.

До недоліків ЕМА необхідно віднести дорожнечу приладів.

У застосуванні електрохімічних методів аналізу домінуюче положення зайняв контроль об'єктів навколишнього середовища (вода, ґрунти, рослини, атмосфера), біологічних об'єктів, промислових матеріалів і харчових продуктів. Також електрохімічні детекторні системи зайняли гідне місце в багатьох гібридних методах аналізу, зокрема в різних варіантах хроматографії. Подальше вдосконалення електрохімічних методів відбувається за рахунок застосування аналогових і цифрових пристроїв або їх комбінацій, автоматизації та мініатюризації апаратури і модернізації способу обробки великих вибірок експериментальних даних сучасними методами математичної статистики та за допомогою інформаційно-комунікаційних технологій.

7.2. Класифікація електрохімічних методів

Відповідно до рекомендацій Міжнародного союзу фундаментальної та прикладної хімії (IUPAC), залежно від характеру перебігу реакції, яка використовується під час виконання аналізу, ЕХМА поділяють на три групи (рис. 7.5).

За методикою проведення ЕХМА поділяють на:

- прямі – вимірюють аналітичний (фізичний) сигнал, який залежить від концентрації речовини і розраховують кількість речовини (потенціометрія, кулонометрія, полярографія);
- опосередковані (непрямі) – розчин з речовиною, яку визначають, титрують реагентом точно відомої концентрації, будують криву титрування, за якою знаходять кінцеву точку титрування, і розраховують вміст компонента, який визначають.

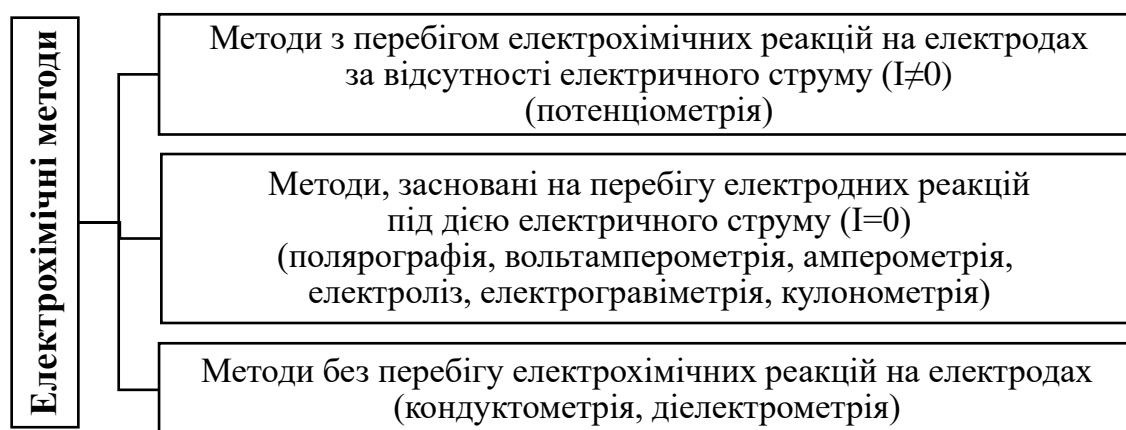


Рисунок 7.5 – Класифікація електрохімічних методів залежно від характеру перебігу реакції, яка використовується під час виконання аналізу

На рис. 7.6 представлена класифікація ЕХМА за природою аналітичного сигналу, що вимірюється.

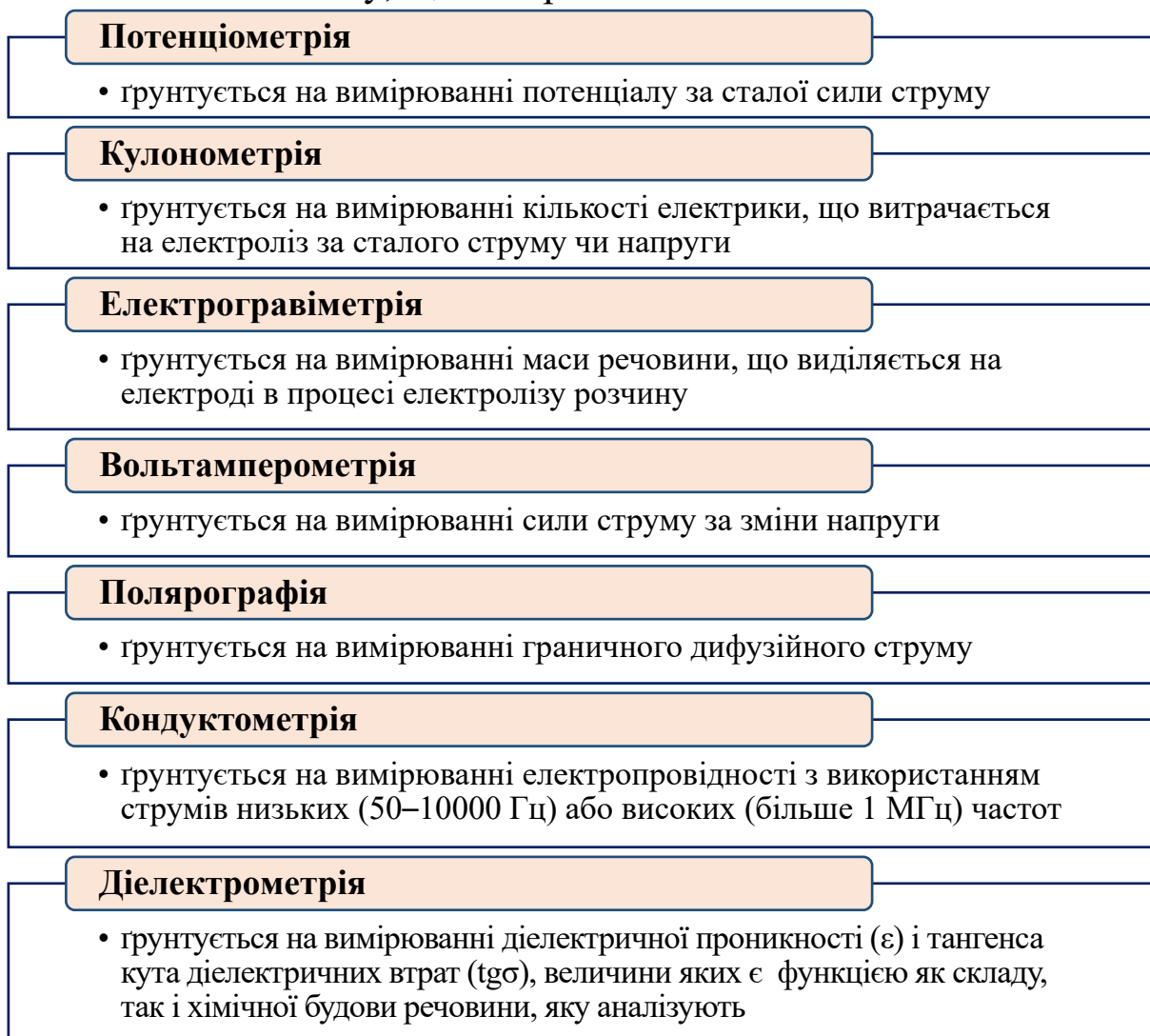


Рисунок 7.6 – Класифікація ЕХМА за природою аналітичного сигналу, що вимірюється

7.2.1. Потенціометрія

Потенціометрія – це електрохімічний метод визначення концентрації речовин і різних фізико-хімічних величин, який ґрунтується на вимірюванні рівноважних потенціалів електродів.

Електродний потенціал – різниця електричних потенціалів між електродом та електролітом, у контакті з якими він перебуває (найчастіше між металом і розчином електроліту).

Абсолютне значення потенціалу електроду виміряти неможливо. Його завжди вимірюють щодо потенціалу іншого електроду, електроду порівняння (рис. 7.4). Тому для вимірювання потенціалу складають електрохімічну комірку з двох електродів і вимірюють різницю потенціалів, яка називається електрорушійною силою: $E_{PC} = E_1 - E_2$.

Потенціали електродів залежать від природи речовин, активності їх іонів у розчині та температури. Оскільки активність іонів пов'язана з концентрацією, то є можливість визначати концентрацію іонів шляхом вимірювання E_{PC} електрохімічної комірки.

Потенціометричний метод аналізу заснований на функціональній залежності потенціалу індикаторного електроду від концентрації досліджуваних іонів.

Потенціометрія як метод фізико-хімічного аналізу має два види:

– **пряма потенціометрія** (інший термін іонометрія) – метод аналізу, що ґрунтується на визначенні активності (концентрацій) компонентів, що досліджуються, безпосередньо за величиною потенціалу індикаторного електрода або за величиною електрорушійної сили.

– **потенціометричне титрування** – метод, що ґрунтується на вимірюванні потенціалу індикаторного електрода, потенціал якого слугує індикатором для знаходження точки еквівалентності (точки кінця титрування) під час протікання реакції нейтралізації, осадження, окиснення-відновлення, комплексоутворення.

Пряма потенціометрія базується на вимірюванні різниці потенціалів індикаторного електрода і електрода порівняння або на вимірюванні електрорушійної сили (E_{PC}) різних ланцюгів. Рівноважний потенціал індикаторного електрода пов'язаний з активністю і концентрацією речовин, що беруть участь в електродному

процесі, що виражається рівнянням В. Нернста (німецький хімік, лауреат Нобелівської премії з хімії у 1920 р.):

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{a_{\text{ок}}}{a_{\text{від}}} = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{f_{\text{ок}} C_{\text{ок}}}{f_{\text{від}} C_{\text{від}}}, \quad (7.1)$$

де E та E^0 – електродний потенціал та стандартний електродний потенціал, що вимірюються (В); R – універсальна газова константа (8,312 Дж/моль·К); T – абсолютна температура розчину (К); n – кількість електронів, що беруть участь в електрохімічному процесі; a – активності окисненої та відновленої форм сполуки відповідно до активності окисненої та відновленої форм сполуки відповідно; F – число Фарадея (96 500 Кл/моль); f – коефіцієнти активності; C – молярні концентрації окиснювальної та відновлювальної форм сполуки відповідно (моль/л).

Рівняння Нернста дає просте співвідношення між потенціалом індикаторного електрода та концентрацією (активністю) визначуваного іона в розчині. На основі вимірювання величини потенціалу індикаторного електрода можна розрахувати активність (концентрацію) досліджуваного іона в розчині. Для цього необхідно: для серії стандартних розчинів виміряти електрорушійні сили E ; побудувати градуйований графік залежності E від концентрації стандартних розчинів іона, який визначається C ; виміряти E розчину, що досліджують, і за градуйованим графіком знайти концентрацію іону.

Прикладом прямої потенціометрії є рН-метрія, за допомогою якої можна визначити рН водних розчинів (рис. 7.7).



рН-метр стаціонарний «MP 511»

рН-метр HI 2211

Рисунок 7.7 – рН-метри

Пряма потенціометрія має низку важливих переваг. У процесі вимірювань склад досліджуваного розчину не змінюється. Водночас зазвичай не є необхідним відокремлення речовини, яка визначається. Метод порівняно легко можна автоматизувати, що дозволяє використовувати його для безперервного контролю технологічних процесів. **Потенціометричне титрування** – спосіб визначення об'єму титранту, витраченого на титрування речовини, яка визначається в аналізованому розчині, шляхом вимірювання ЕРС (у процесі титрування) за допомогою гальванічного ланцюга, складеного з індикаторного електрода і електрода порівняння (рис. 7.8). Кінець титрування фіксують за різкої зміни ЕРС вимірюваного ланцюга. Для визначення точки еквівалентності у потенціометричному титруванні застосовують графічні й розрахункові методи. Найбільш прийнятним є метод побудови кривих титрування.

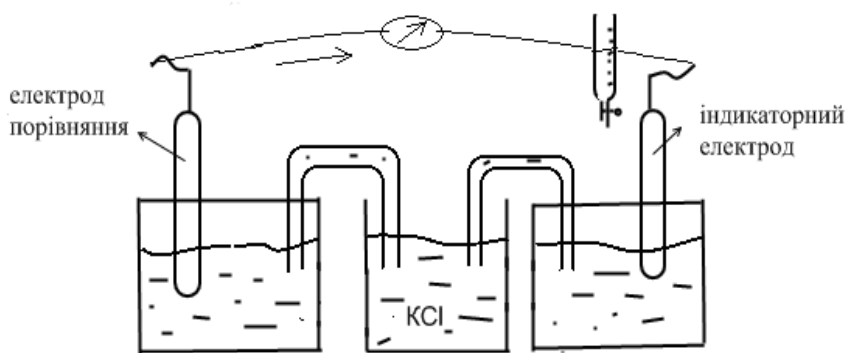


Рисунок 7.8 – Схема установки для потенціометричного титрування

У практиці аналізу більш поширеними є методи потенціометричного титрування, за допомогою яких визначають більшість речовин у водних та неводних середовищах. Потенціометричне титрування проводять з використанням різноманітних реакцій: кислотно-основної та окисно-відновної взаємодій, осадження й комплексоутворення. У методах кислотно-основного титрування як індикаторний електрод можна використовувати будь-який електрод, оборотний до іонів H^+ (зазвичай скляний). Окисно-відновне титрування здійснюють з електродами з благородних металів (здебільшого з гладким платиновим). У методах осаджувального і комплексометричного титрування індикаторний електрод (іоноселективний або металічний) має бути оборотним щодо одного з іонів, які беруть участь у реакції.

Потенціометричні методи широко застосовуються для аналізу промислових та природних матеріалів, руд, мінералів, а також об'єктів навколишнього середовища.

Метод прямої потенціометрії характеризується експресністю, точністю і селективністю. Метод знайшов застосування в різних галузях хімії, в біохімії, медицині та фармації. Цей метод рекомендується для фармацевтичного аналізу Європейською фармакопеею і Державною фармакопеею України.

Метод потенціометричного титрування більш точний, ніж пряма потенціометрія. Його можливості набагато розширилися з розробкою нових іоноселективних електродів – індикаторних. Метод оптимальний під час аналізу каламутних, забруднених і забарвлених розчинів у змішаних і неводних розчинниках.

Усі методи потенціометрії можуть бути легко автоматизовані. Промисловість випускає ряд автоматичних потенціометричних титраторів як лабораторного, так і промислового призначень (рис. 7.9).



*Іономір
«Professional meter
PP-50»*



*Автоматичний тит-
ратор
TitroLine easy*



*Автоматичний ти-
тратор
Карла Фішера
TitroLine 7500 KF*

Рисунок 7.9 – Автоматичні потенціометричні титратори

7.2.2. Кондуктометричний метод аналізу

Кондуктометр – поєднання електрохімічних методів досліджень та аналізу речовин, що ґрунтуються на вимірюванні електричної провідності розчинів електролітів, яка пропорційна їх концентрації.

Виділяють 2 види провідників струму: провідники 1 роду (метали; струм створюється вільними електронами, перенесення яких здійснюється в напрямку – від негативного до позитивного джерела струму); провідники 2 роду (розчини електролітів (кислоти, солі, основи); струм переноситься іонами, що утворюються в результаті

дисоціації електролітів; під дією зовнішнього електричного поля катіони рухаються до негативно зарядженого електроду – катода, а аніони – до позитивно зарядженого електроду (анода). Отже, метали мають електронну провідність, а розчини – іонну. Швидкість руху іонів в розчинах, порівняно зі швидкостями руху електронів у металах, мала, тому електрична провідність, наприклад, міді та срібла приблизно в 1 млн разів більша провідності розчинів.

Електрична провідність розчинів (L) – здатність речовини проводити електричний струм під дією зовнішнього електричного поля:

$$L=1/R, \quad (7.2)$$

де L – електропровідність розчину (Ом^{-1} (Сименс (См))); R – опір розчину (Ом).

Тобто аналітичним сигналом є електропровідність розчину або його опір. Сигнал утворюється у міжелектродному просторі за рахунок дисоціації молекул на іони або міграції іонів під дією зовнішнього джерела напруги. Тому методом кондуктометрії можна аналізувати тільки розчини електролітів.

Для вимірювання опору розчину в нього занурюють електроди. Опір розчину прямо пропорційний відстані між електродами і зворотно пропорційний площі їх поверхні:

$$R = \rho l/S, \quad (7.3)$$

де ρ – питомий опір провідника; l – довжина провідника, S – площа поперечного перерізу провідника.

Отже, електрична провідність:

$$L = \frac{1}{\rho} \cdot \frac{S}{l} = \chi \frac{S}{l}, \quad (7.4)$$

де $\chi = 1/\rho$ – питома електропровідність, яка являє собою величину, обернену питомому опору, вимірюється в См/м і являє собою електричну провідність 1 м^3 розчину, що розміщенні між паралельними електродами площею 1 м^2 кожен при відстані між ними 1 м (тобто χ представляє електричну провідність розчину, який міститься між плоскими паралельними електродами на відстані 1 см один від одного).

Електропровідність розчину пропорційна концентрації, яка для розведених розчинів електролітів залежить від:

- природи електроліту та розчинника – у водних розчинах під час нескінченно великих розведень електропровідність є найбільшою у кислот, потім у лугів і, нарешті, у солей;

- концентрації – від кількості заряджених іонів та від значення заряду іонів;

- швидкості руху однаково заряджених іонів до катода або анода під дією електричного поля;

- температури – з підвищенням температури електропровідність розчину спочатку збільшується до певного максимуму, а потім знову зменшується;

- тиску – для більшості сильних електролітів за підвищення тиску над розчином електропровідність спочатку зростає, досягає певного максимуму, а потім знову зменшується, найчастіше до значень більш низьких, ніж ті, які спостерігаються за звичайного тиску.

Кондуктометрія поєднує прямі та опосередковані методи, кондуктометричне титрування.

Залежно від частоти змінного струму буває низькочастотна (50 Гц) і високочастотна (> 1 МГц) кондуктометрія.

Пряма кондуктометрія. Методи прямої кондуктометрії ґрунтуються на тому, що в області розведених і помірно концентрованих розчинів електропровідність зростає зі збільшенням концентрації електроліту. Прямі методи використовують у тих випадках, коли концентрація речовини, що аналізується, у розчині лінійно пов'язана з електричною провідністю розчину, а концентрації інших компонентів постійні.

На методі прямої кондуктометрії базуються конструкції солемірів та інших кондуктометричних приладів, які дозволяють визначати олеум, різні солі в мінеральній, річковій та морській воді, фізіологічних розчинах.

Пряма кондуктометрія дозволяє вирішувати багато практичних завдань, зокрема, під час здійснення неперервного контролю виробництва: для контролю процесу очистки води і якості дистильованої води, оцінки забруднення стоків, у процесі визначення

загального вмісту солей у мінеральній, морській і річковій воді. Методом кондуктометрії здійснюють контроль операцій промивки осадів і регенерації іонітів для визначення чистоти органічних розчинників, газів, твердих солей, ґрунту тощо. Іноді зразки, які аналізують, попередньо спалюють, а гази, що виділяються, поглинають відповідними розчинами. За величиною електричної провідності цих розчинів визначають кількість газів (CO_2 , NO_2 , SO_2), а внаслідок цього – вміст відповідних елементів, наприклад, С, N, S у металах, сплавах, органічних сполуках. Пряма кондуктометрія застосовується і для визначення вологості органічних розчинників, газів, твердих солей, текстильних матеріалів, паперу, зерна тощо.

В опосередкованих методах, які дозволяють досліджувати суміші електролітів, кондуктометрію поєднують з іншими фізико-хімічними методами аналізу, що ґрунтуються, наприклад, на вимірюванні рН, в'язкості, густини. Сукупність усіх експериментальних величин дає можливість визначати кількісний склад суміші.

Кондуктометричне титрування – метод аналізу, заснований на визначенні вмісту речовини зі зламу кривої титрування. У процесі кондуктометричного титрування у процесі додавання одного електроліту до іншого змінюється іонний склад розчину; у результаті хімічних реакцій утворюються слабоіонізовані або малорозчинні сполуки, отже, змінюється його електропровідність. Залежність електропровідності розчину (χ) від обсягу доданого титранту називається кривою кондуктометричного титрування, на якій відображається злом у точці еквівалентності (рис. 7.10). Під час титрування суміші електролітів кількість зломів дорівнює кількості компонентів, що визначаються.

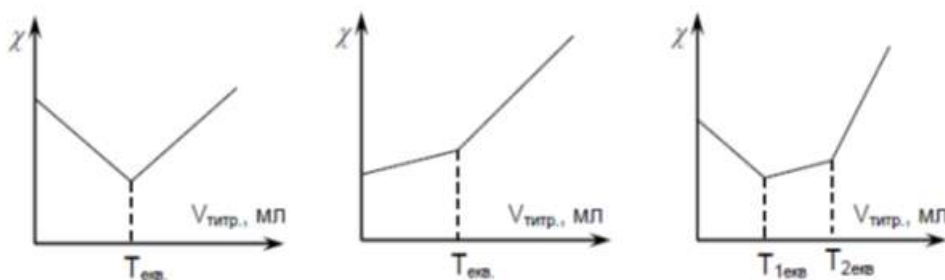


Рисунок 7.10 – Види кривих кондуктометричного титрування:
 сильної кислоти сильним лугом; слабкої кислоти слабким лугом;
 суміші сильної і слабкої кислот сильним лугом

До переваг цього методу належать: висока чутливість, простота методик, доступність апаратури, автоматизація аналізу, зручність застосування для визначення концентрації забарвлених та каламутних розчинів, коли неможливе застосування кольорових індикаторів для аналізу суміші електролітів, а також для титрування багатьох лікарських речовин у неводних розчинниках.

Під час кондуктометричного титрування застосовують реакції нейтралізації, комплексоутворення, окисно-відновні, осадження.

Високочастотне титрування – різновид кондуктометричного титрування, в якому на електроди кондуктометричної комірки подається синусоїдальна напруга високої частоти: 0,5–400 МГц.

У процесі накладання полів високої частоти на розчин, який містить молекули та іони сильного електроліту, слабого електроліту або неелектроліту відбувається взаємодія їх з полем, що приводить до зміни складу розчину, а, відповідно, до зміни електропровідності або діелектричної проникності розчину, або ж до одночасної зміни обох. Це пов'язано з тим, що під впливом поля високої частоти збільшується дисоціація молекул електролітів, а молекули неелектролітів зазнають поляризації.

Основні переваги кондуктометричного методу аналізу: висока експресність; доступність вимірювальних пристроїв; зручність виконання; точність; можливість автоматичного та дистанційного аналізу; похибка вимірювань 1...2 % (у спеціальних умовах 0,2 %).

До недоліків відносять: складність у застосуванні апаратури; зміна температури на 1 °С викликає зміну електропровідності на 2 ... 3 % (виникає необхідність постійної підтримки сталої температури, оскільки термостатичність підвищує точність методу).

Кондуктометричний метод застосовується в оцінці якості харчової продукції для визначення концентрацій окремих компонентів (вологи, жиру, амінокислот, пектинових і мінеральних речовин, алкалоїдів), контролю якості молока, соків, напоїв, цукру, прянощів. Особливо широко використовуються кондуктометричні методи дистанційного визначення вологості і концентрації компонентів під час технологічних процесів виробництва продуктів харчування. Пряме вимірювання електричної провідності є

найбільш ефективним методом контролю якості дистильованої води в лабораторіях, технічної води в тонких хімічних, фармацевтичних виробництвах, у технології водоочищення та оцінці забруднення стічних вод, теплотехніки тощо.

Кондуктометричні методи використовуються в автоматизованих системах контролю виробництва, у деяких галузях хімічної, текстильної, харчової промисловості та гідрометалургії (рис. 7.11–7.13). Розроблено методику кондуктометричного визначення малих кількостей вуглецю ($10^{-2} \dots 10^{-3}$) у металах і сталях.



а)



б)

Рисунок 7.11 – Загальний вигляд кондуктометрів:
а – DDS-11C S230-Kit; б – Mettler Toledo



Рисунок 7.12 – Універсальний автоматичний титратор на базі керованої станції At-610

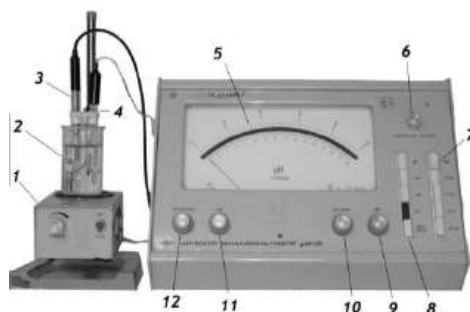


Рисунок 7.13 – Загальний вигляд приладу рН-121:
1 – столик (магнітна мішалка);
2 – стакан з розчином;
3 – індикаторний електрод;
4 – електрод порівняння;
5 – індикатор;
6 – ручка встановлення температури;
7 – клавіші вибору діапазонів;
8 – клавіші вибору виду вимірювань;
9–12 – регулятори

7.2.3. Кулонометричний метод аналізу

Кулонометрія – це абсолютний метод аналізу, тобто метод, який дозволяє шляхом прямого вимірювання аналітичного сигналу відразу встановити масу аналіту без попереднього градування приладу за стандартними зразками. Відсутність потреб у приготуванні стандартних розчинів та побудови градувальних графіків надають переваги методу у плані простоти використання та точності аналізу. Кулонометрія широко застосовується для аналізу технологічних розчинів, газових сумішей, руд, мінералів тощо.

Кулонометричний метод – це електрохімічний метод аналізу, який ґрунтується на вимірюванні кількості електричного струму, що витрачається на електрохімічне окиснення чи відновлення іонів або елементів, що визначають, у процесі електролізу. У результаті електролізу на електродах виділяються речовини в кількостях, пропорційних кількості пропущеного струму. Об'єднана формула законів Фарадея, яка зв'язує в єдину формулу кількість електрики та масу продукту електролізу:

$$m = (Q \cdot M) / Fn , \quad (7.5)$$

де m – маса осадженої на електроді речовини, г; F – число Фарадея 96 485 Кл/моль; n – кількість електронів, що беруть участь в електрохімічному окисненні-відновленні; Q – повний електричний заряд, що пройшов через речовину, Кл; M – молярна маса іона, г/моль.

Проводячи будь-яке кулонометричне визначення, необхідно створити такі умови електролізу, щоб струм витрачався тільки на потрібну електрохімічну реакцію і щоб були виключені побічні процеси, які проходять з витратою електрики. Крім того, треба точно встановити момент, коли електрохімічна реакція практично повністю закінчиться.

Розрізняють пряму кулонометрію і кулонометричне титрування.

У **прямій кулонометрії** речовина, яку аналізують, підлягає електрохімічному перетворенню безпосередньо в кулонометричній комірці. Вимірюють за допомогою кулонометрів кількість електрики, витраченої на перебіг електрохімічної реакції, і за законом Фарадея розраховують масу або масову частку речовини.

Кулонометричне титрування ґрунтується на реакції речовини, що визначається, з титрованим розчином, який отримується у процесі електролізу спеціально підібраного розчину безпосередньо в кулонометричній комірці. Через те, що титрований розчин генерується в кількості, яка точно відповідає еквівалентному вмісту речовини, що визначається, то за кількістю електрики, витраченої на генерацію титранту, можна розрахувати вміст речовини.

Кулонометричне титрування характеризується високою точністю (0,1–0,5 %) і чутливістю (10^{-7} %) під час концентрації розчинів до 10^{-6} моль/л.

Метод не потребує попереднього приготування стандартних (титрованих) розчинів, градуйованих графіків, дозволяє використовувати нестійкі розчини, може бути легко автоматизованим. Автоматичні прилади на основі кулонометричного методу, зокрема газоаналізатори SO_2 (10–100 мкг/м³), Cl_2 (0,03–24,0 мг/м³), HCl , O_3 , HCN використовують для контролю повітря промислових приміщень (рис. 7.14).



Рисунок 7.14 – Сучасне обладнання кулонометричного аналізу: кулонометричний титратор Coulometer 831 КФ

7.2.4. Вольтамперометричний метод аналізу

Вольтамперометрія об'єднує методи мікроелектролізу, в яких джерелом інформації про якісний і кількісний склад проби є поляризаційні криві – залежність сили струму від величини прикладеного потенціалу. В основі цього методу лежить отримання і вивчення вольтамперних кривих (полярограм) (рис. 7.15), які отримують у процесі електровідновлення або електроокиснення речовини на поверхні електрода.

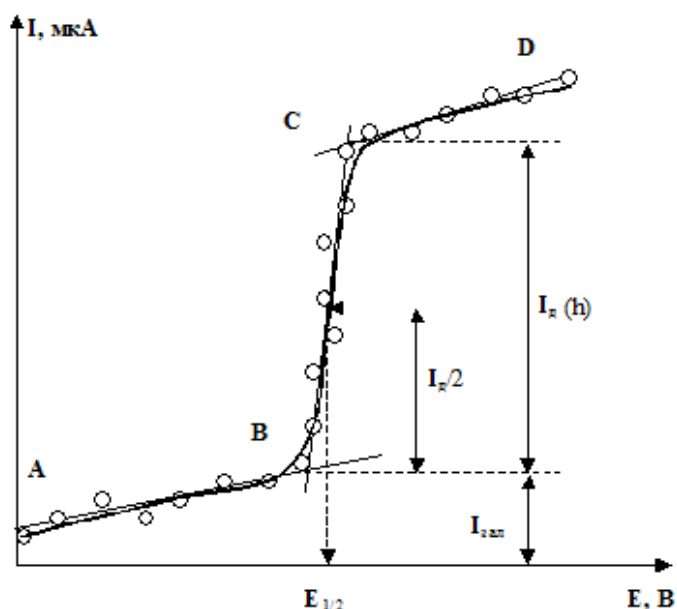


Рисунок 7.15 – Полярограма

Вольтамперометрію з використанням ртутного крапельного електрода називають **полярографією**. Крапельний ртутний мікроелектрод – це скляний капіляр діаметром 0,03–0,05 мм та довжиною декілька сантиметрів, з якого витікає ртуть у розчин, що аналізують, зі швидкістю 1–10 крапель/с. Швидкість витікання ртуті регулюється висотою стовпа ртуті, що міститься у спеціальному резервуарі, сполученому з капіляром гумовою трубкою.

Полярографічна хвиля характеризує не тільки кількість речовини, яка аналізується, але і її хімічну природу. Граничний дифузійний струм характеризує висоту хвилі (h) і концентрацію речовини, яка аналізується. Потенціал півхвилі ($\varphi_{1/2}$) – це потенціал середини полярографічної хвилі, який залежить від хімічної природи іонів і є довідниковою величиною.

Якщо в аналізованому розчині містяться декілька електрохімічно активних компонентів, здатних відновлюватися на мікрокатоді (або окислюватися на аноді), $E_{1/2}$ яких різняться більше ніж на 0,3 В, то у процесі зняття вольтамперограм електродні реакції будуть перебігати послідовно зі збільшенням напруги, що накладається. На вольтамперній кривій вийде декілька полярографічних хвиль (сходинок), що дозволяють визначити кількість або концентрацію кожного з компонентів. Такі складні полярограми мають назву «полярографічні спектри». На рис. 7.16 наведена полярограма чотирикомпонентної системи.

Для кількісних розрахунків вмісту речовини в розчині, яка аналізується, використовують декілька методів: розрахунок за рівнянням Ільковича, метод стандартних розчинів, метод граду-йованих графіків, метод додатків.

Зв'язок дифузійного струму (електричний *струм*, викликаний неоднорідністю розподілу заряду) з концентрацією іону та іншими величинами виражається рівнянням Ільковича, що лежить в основі цього методу:

$$I = 605n \cdot D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6} \cdot C, \quad (7.6)$$

де I – граничний дифузійний струм, мкА; n – кількість електронів, що бере участь в електродному процесі; m – маса ртуті, що витікає з капіляра за 1 с, мг; τ – час витікання краплі ртуті, с; C – концентрація речовини, моль/л.

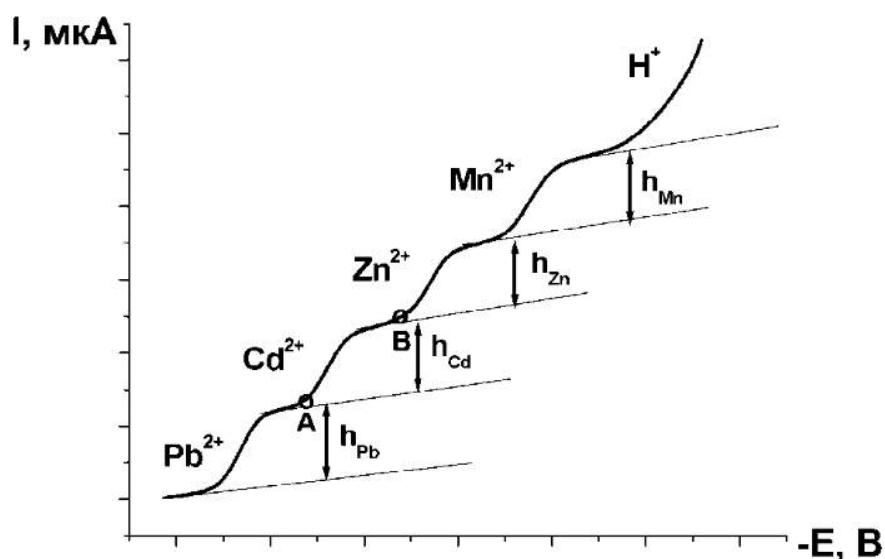


Рисунок 7.16 – Полярограма розчину, що містить на фоні КСІ іони Pb^{2+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} (10^{-3} М)

У полярографії використовують лінійну залежність граничного струму від концентрації:

$$I = \kappa \cdot C, \quad (7.7)$$

де $\kappa = 605n \cdot D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6}$.

$D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6}$ – знаходять за допомогою стандартних розчинів; за постійних умов $D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6} = const.$

У *методі стандартних розчинів* користуються формулою:

$$C_x = \frac{C_{см.} \cdot h_x}{h_{см.}}, \quad (7.8)$$

де C_x , $C_{см.}$ – відповідно концентрація розчину, що аналізується, і стандартного розчину, моль/л; h_x , $h_{см.}$ – відповідно висота полярографічної хвилі аналізуючого і стандартного розчинів, мм.

У *методі додатків* розраховують вміст речовини за рівнянням:

$$C_x = \frac{C_{см.} \cdot V_{см.} \cdot h_x}{(h_{x+см.} - h_x) \cdot V_x} \quad \text{або} \quad m_x = \frac{C_{см.} \cdot V_{см.} \cdot h_x}{h_{x+см.} - h_x}, \quad (7.9)$$

де V_x , $V_{см.}$ – відповідно об'єми розчину, що аналізується, і стандартного розчину, мл; h_x , $h_{x+см.}$ – висота полярографічної хвилі розчину, що аналізується, і цього ж розчину з додаванням стандартного розчину, мм.

Метод градуйованого графіка ґрунтується на визначенні вмісту речовини за допомогою градуйованого графіка – залежності висоти полярографічної хвилі від концентрації стандартного розчину.

Здебільшого полярографію проводять на модернізованому обладнанні у водних розчинах, хоча для аналізу екстрактів, хелатів металів використовують органічні розчинники або водно-органічні суміші.

Вольт-амперометричний аналіз використовують у санітарному контролі, сертифікації продуктів харчування та продовольчої сировини, екологічному контролі об'єктів довкілля, ветеринарному контролі, контролі якості лікарських та косметичних препаратів, контролі повітря робочої зони, дослідженні геологічних об'єктів (рис. 7.17). За допомогою полярографії визначають у продукції кадмій, свинець, ртуть 0,1 мкг/дм³, мідь, вісмут 0,3 мкг/дм³, цинк 5 мкг/дм³, нікель 10 мкг/дм³.



Рисунок 7.17 – Універсальний полярограф «Екотест-ВА»

Питання для самоконтролю

1. Кондуктометричне титрування полягає у вимірюванні:

- а) електропровідності;
- б) електрорушійної сили;
- в) кислотності середовища;
- г) концентрації розчину.

2. Електрохімічний аналіз, який відбувається з перебігом електрохімічної реакції на електродах електрохімічної комірки у відсутності струму, – це:

- а) високочастотна кондуктометрія;
- б) кулонометрія;
- в) потенціометрія;
- г) вольтамперометрія.

3. Кулонометричні методи засновані на:

- а) залежності електропровідності розчинів електролітів від їх концентрації;
- б) залежності електрорушійної сили електролітичної комірки від концентрації речовини, що аналізують;

в) проведенні електрохімічної реакції з досліджуваною речовиною, від її концентрації у розчині;

г) використанні явища поляризації мікроелектроду й одержанні кривих, які описують залежність сили струму від прикладеної напруги.

4. Методи, які відбуваються з перебігом електрохімічної реакції на електродах електрохімічної комірки під дією струму, – це:

а) високочастотна кондуктометрія;

б) кулонометрія;

в) низькочастотна кондуктометрія;

г) потенціометрія.

5. Потенціометричні методи засновані на:

а) залежності електропровідності розчинів електролітів від їх концентрації;

б) залежності електрорушійної сили електролітичної комірки від концентрації речовини, що аналізують;

в) проведенні електрохімічної реакції з досліджуваною речовиною, від її концентрації у розчині;

г) використанні явища поляризації мікроелектроду й одержанні кривих, які описують залежність сили струму від прикладеної напруги.

6. Під час потенціометричного титрування досліджуваного розчину поблизу точки еквівалентності спостерігається різке змінення показника:

а) сили струму;

б) електродного потенціалу;

в) дифузійного струму;

г) кількості електрики.

7. _____ – це електрохімічний пристрій, що слугує для проведення електрохімічних реакцій та являє собою посудину з електролітом, в який занурені як мінімум два електроди.

8. Вольтамперометрію з використанням ртутного крапельного електрода називають _____ .

9. Різновид кондуктометричного титрування, в якому на електроди кондуктометричної комірки подається синусоїдальна напруга високої частоти (0,5–400 МГц), називають _____ .

10. Електрохімічну комірку, яка працює самовільно і дає струм (за рахунок хімічної реакції), називають _____ .

Тема 8. Хроматографічні методи аналізу

8.1. Загальна характеристика та класифікація хроматографічних методів аналізу

Більшість методів аналізу базуються на проведенні специфічних чи селективних хімічних реакцій або на визначенні специфічних властивостей речовин. Однак ці методи не завжди дають можливість провести якісний та кількісний аналіз складних сумішей. Широке застосування одержали хроматографічні методи аналізу, які ґрунтуються на хроматографічних методах розділення складних сумішей і виділення окремих компонентів.

Хроматографія – це метод поділу та аналізу сумішей, суть якого лежить у розподілі компонентів суміші між двома фазами: нерухомою (стаціонарною) та рухомою (мобільною), яка проходить через нерухому фазу. Різні компоненти суміші проходять через стаціонарну фазу з різними швидкостями, що змушує їх відокремлюватись один від одного (рис. 8.1). Природа конкретних фаз визначає, які речовини переміщуються швидше чи повільніше і як вони поділяються. Ці різні часи проходження називаються часом утримання.

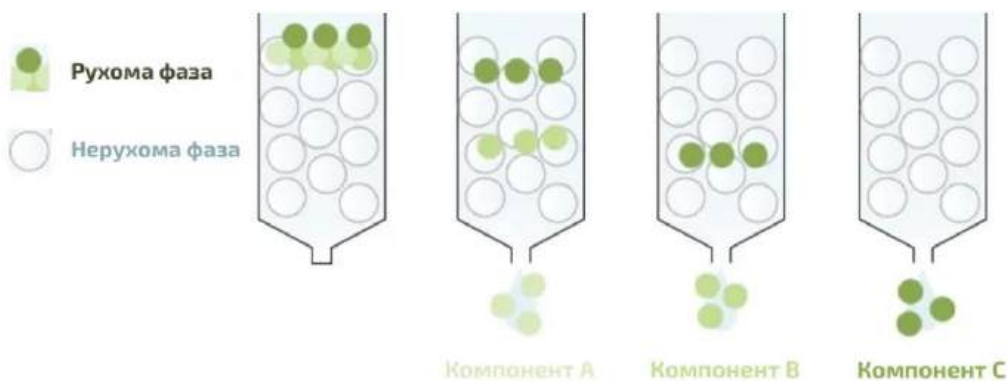


Рисунок 8.1 – Рухома та нерухома фази

Нерухома фаза може бути твердою або рідкою, нанесеною на твердий носій або гель; може бути упакована в колонку, нанесена як шар або як плівка. Рухома фаза може бути газом чи рідиною або флюїдом (газом у надкритичному стані). Розділення може ґрунтуватися на адсорбції, розподілі, іонному обміні, їх комбінації тощо, або на відмінностях у фізико-хімічних властивостях молекул (розмір, маса, обсяг тощо).

Хроматографія може використовуватися для отримання чистих сполук (препаративна), кількісного та якісного визначення розділених компонентів (хроматографічний аналіз), а також для визначення фізико-хімічних характеристик розділених сполук.

Хроматографічні методи аналізу класифікуються за різними ознаками.

1. За агрегатним станом рухомої та нерухомої фаз (табл. 8.1).

Таблиця 8.1 – Види хроматографії за станом рухомої та нерухомої фаз

Вид хроматографії	Рухома фаза	Нерухома фаза	Метод хроматографії
газова	газ	тверде тіло	газоадсорбційна
	газ	рідина	газоабсорбційна
рідинна	рідина	тверде тіло	рідинна адсорбційна
	рідина	рідина	рідинна розподільча

2. За механізмом, що лежить в основі рівноважного розподілу між рухомою і нерухомою фазами:

– *сорбційна* – базується на поглинанні газів чи розчинених речовин твердими або рідкими поглиначами (сорбентами), яка зі свого боку також поділяється на два види:

✓ *адсорбційна* – концентрування компонентів на поверхні розділу між газовою або рідкою фазою і твердою фазою (адсорбентом); наслідком цього є поглинання адсорбентом частини розчиненої речовини або газу з об'єму розчину чи газової суміші;

✓ *абсорбційна* – розподілення речовини між газовою і рідкою фазами (абсорбентом); за досягнення рівноваги концентрація речовини в розчині залежить від концентрації або парціального тиску компонента в газі;

– *розподільча* – розподілення розчиненої речовини між двома рідкими фазами, які не змішуються;

– *іонообмінна* – ґрунтується на перебігу реакції обміну іонів між рухомою і нерухомою фазами;

– *осадова* – утворення малорозчинних сполук компонентів рухомої фази з речовинами, які входять до складу нерухомої фази. Рівноважна концентрація речовини у рухомій фазі залежить від добутку розчинності утвореної малорозчинної сполуки;

– *міграційна* – ґрунтується на різній затримці речовин рухомої фази в порах нерухомої, куди вони потрапляють за рахунок броунівського руху (міграції). Ступінь затримки залежить від розміру молекул рухомої фази та пор нерухомої.

3. За способом переміщення рухомої фази вздовж нерухомої:

– *фронтальна* – об'єкт аналізу подається безперервно через шар нерухомої фази і сам є рухомою фазою;

– *витиснювальна* – у нерухома фазу вноситься порція об'єкта аналізу, яка витискається через шар нерухомої фази речовиною, що сорбується сильніше, ніж компоненти досліджуваної проби;

– *проявна* (елюентна) – у безперервний потік рухомої фази, яка практично не сорбується (елюента), вноситься порція об'єкта аналізу. Елюент захоплює частину його компонентів, яка перебуває в рівновазі між ним і нерухома фазою та просуває їх уздовж нерухомої фази. Це приводить до розділення суміші на окремі компоненти.

4. За апаратним оформленням або за способом розміщення нерухомої фази:

– *колонкова*, коли нерухома фазою у вигляді гранул діаметром 0,1–0,5 мм заповнюють трубку діаметром 2–6 мм і довжиною декілька метрів. Якщо нерухома фаза – рідина, вона наноситься на поверхню і в пори гранул інертного носія. Різновидом колонкової хроматографії є капілярна, коли рідка фаза наноситься на внутрішню стінку капіляра діаметром 0,1–0,5 мм і довжиною до 100 м;

– *площинна* використовується для випадку рідкої нерухомої фази.

– *тонкошарова* – нерухома фаза наноситься тонким шаром на скляну або алюмінієву пластину (сілуфоль, алуфоль);

– *паперова* – нерухома фаза – спеціальний хроматографічний папір, просочений відповідними реактивами.

Змінюючи рухливу фазу, стаціонарну фазу та/або фактор, що визначає швидкість переміщення, було створено велику різноманітність хроматографічних методів, кожен з яких слугує різним цілям і ідеально підходить для різних сумішей. Найпоширенішими видами хроматографії є газова хроматографія (ГХ); високоефективна рідинна хроматографія (ВЕРХ); тонкошарова хроматографія (ТШХ); іонна хроматографія (ІХ).

8.2. Газова хроматографія

Це метод, що вимагає використання стаціонарної та рухомої фаз. У газовій хроматографії рухомою фазою є інертний газ, часто гелій чи азот. Нерухливою фазою зазвичай є мікроскопічний шар полімеру на інертному твердому носії. Він розміщується всередині спіральної кварцової або металевої трубки, яку називають колонкою. Наприкінці – система виявлення (детектор), яка детектує окремі компоненти в міру їхнього елюювання з колонки (рис. 8.2).

Джерело газу-носія призначене для постачання, очищення, регулювання та вимірювання витрати газу-носія (елюента) (як газ-носії використовують H_2 , He , N_2 , Ar).

Дозатор проби потрібен для введення в потік газу-носія порції аналізованої газоподібної, рідкої або твердої суміші. У двох останніх випадках вона перед змішуванням з газом-носієм за допомогою електронагрівання переводиться у пароподібний стан.

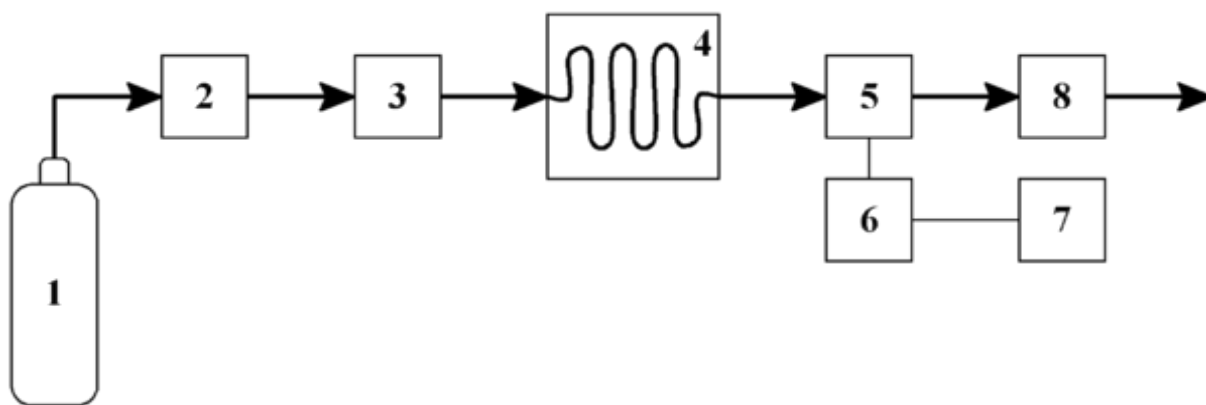


Рисунок 8.2 – Схема газового хроматографа

1 – джерело газу-носія (рухома фаза); 2 – регулятор витрати газу-носія;
3 – пристрій введення проби; 4 – хроматографічна колонка в термостаті;
5 – детектор (призначений для безперервного вимірювання концентрації речовин на виході з колонки хроматографії); 6 – електронний підсилювач;
7 – реєструючий прилад (самописець, комп'ютер); 8 – витратомір

У разі якщо хроматограф призначений для аналізу рідких проб, пристрій введення проб поєднується з випарником. Проба вводиться у випарник за допомогою мікрошприца шляхом проколювання еластичної прокладки. Випарник зазвичай нагрітий до температури, що перевищує температуру самої колонки на 50 °С. Об'єм проби від 0,1 до декількох мкл. У разі газоподібних зразків проба може вводиться 2 способами: за допомогою газового шприца, зазвичай об'ємом 1 мл шляхом проколювання еластичної прокладки або включенням до газової схеми «газового крана» замість або перед випарником.

Хроматографічні колонки призначені для розділення багатоконпонентної суміші на бінарні суміші газу-носія з розділеними компонентами аналізованої суміші. Матеріал колонки повинен бути хімічно неактивним щодо нерухомої фази та компонентів, які розділяються, має забезпечувати необхідну форму колонки та її нагрівання до потрібної температури. Найчастіше використовують колонки з нержавіючої сталі, міді, алюмінію, а також з боросилікатного скла та тефлону. Довжина насадкових колонок – 1–3 – 10 м. За формою вони можуть бути прямими, U-подібними, W-подібними, спіральними.

Детектор – пристрій, який перетворює склад суміші, що надходить у нього з хроматографічної колонки, в переважно електричний сигнал. Блок детекторів також обладнується термостатом. У газовій хроматографії використовуються такі основні принципи детектування:

- залежність теплопровідності газової суміші від її складу (детектор за теплопровідністю);
- тепловий ефект спалювання горючих компонентів (термохімічний детектор);
- іонізація органічних сполук у полум'ї водню (полум'яно-іонізаційний детектор);
- іонізація органічних сполук під дією радіоактивного випромінювання (аргоновий детектор);

- захоплення електронів молекулами органічних сполук (детектор за захопленням електронів);
- зменшення іонізації полум'я з атомами лужних металів у присутності фосфор- і галогено-похідних (термоіонний детектор);
- залежність густини газової суміші від її складу (детектор за густиною);
- специфічне випромінювання фосфор- і сірковмісних сполук у полум'ї водню (полум'яно-фотометричний детектор);
- залежність перепаду тиску на діафрагмі від складу газової суміші (діафрагмовий детектор).

Реєстратор призначений для запису сигналу детектора у графічному чи цифровому вигляді (самописець, комп'ютер). Такий запис називається **хроматограмою**.

Газова хроматографія є поширеним методом, але її використовують тільки в тому випадку, якщо суміш можна випарувати без розкладання. Газовий хроматограф (рис. 8.3, рис. 8.4), як пристрій для проведення аналізу, використовується у різних сферах: починаючи від аналізу повітря, води, харчових продуктів та закінчуючи аналізом природного газу та бензину.



Рисунок 8.3 – Газовий хроматограф Trace 1610



Рисунок 8.4 – Газовий хромато-мас-спектрометр ISQ 7610



Рисунок 8.5 – Система рідинної хроматографії Vanquish Core™ HPLC

8.2. Рідинна хроматографія

Рідинна хроматографія – це метод поділу та аналізу складних сумішей речовин, у яких мобільною фазою є рідина. Рідинний хроматограф (рис. 8.5) прокачує суміш зразків або аналітів у розчиннику (відомий як рухома фаза) під високим тиском через колонку з хроматографічним насадковим матеріалом (стаціонарна фаза) на детектор.

Рідинні хроматографи складаються з тих самих основних блоків, тільки в газових хроматографах рухома фаза (газ-носії) постачається компресорами або з балонів зі стисненими газами, а в рідинних – рідка рухома фаза подається за допомогою насосів.

8.3. Високоєфективна рідинна хроматографія

У *високоєфективній рідинній хроматографії* (ВЕРХ) вводиться зразок, який є у вигляді розчину, у рідку рухливу фазу. Рухлива фаза переносить зразок через упаковану або капілярну колону, яка розділяє компоненти зразка на основі їх здатності розділяти між рухомою фазою і стаціонарною фазою. На рис. 8.6 показано приклад типового приладу ВЕРХ, який має кілька ключових компонентів: резервуари, що зберігають рухливу фазу; насос для проштовхування рухомої фази через систему; інжектор для введення зразка; колонку для поділу зразка на складові частини; і детектор для спостереження за елюентом під час його відриву від колонки.

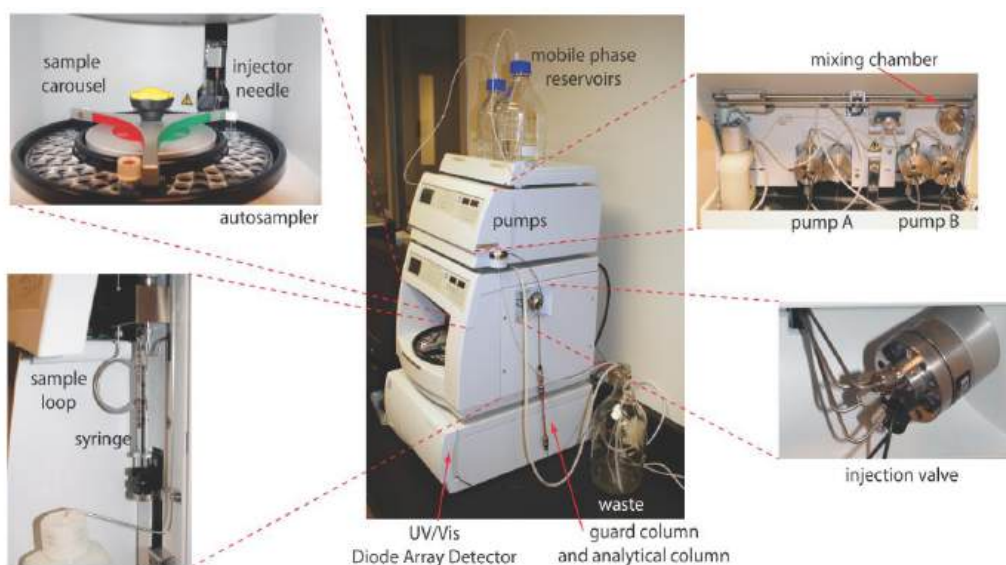


Рисунок 8.6 – Типовий прилад – високоєфективний рідинний хроматограф

ВЕРХ використовується у різноманітних наукових застосуваннях, таких як фармацевтика, навколишнє середовище, криміналістика, аналіз харчових продуктів та інше.

8.4. Тонкошарова хроматографія

Це метод, який використовується. ТШХ – це універсальний метод розділення, який широко використовується для розділення сполук у суміші як для якісного, так і для кількісного аналізу зразків.

У ТШХ нерухома фаза являє собою тонкий шар адсорбенту, зазвичай, силікагелю або оксиду алюмінію, нанесений на поверхню інертної пластини, в основному скла, пластику або алюмінію. Зразок наносять на один кінець пластини ТШХ і поміщають вертикально в закриту камеру з органічним розчинником (рухома фаза). Рухома фаза рухається вгору по пластині під дією капілярних сил, а компоненти зразка мігрують на різні відстані залежно від їх різної спорідненості до нерухомої та рухомої фаз. Коли розчинник досягає верхньої частини пластини, пластину виймають із камери проявлення та сушать. Розділені компоненти мають вигляд плям на пластині; після цього оцінюється коефіцієнт утримання кожного компонента.

Тонкошаровий хроматограф (рис. 8.7) можна використовувати для моніторингу перебігу реакції, ідентифікації сполук, присутніх у певній речовині, визначення чистоти речовини.

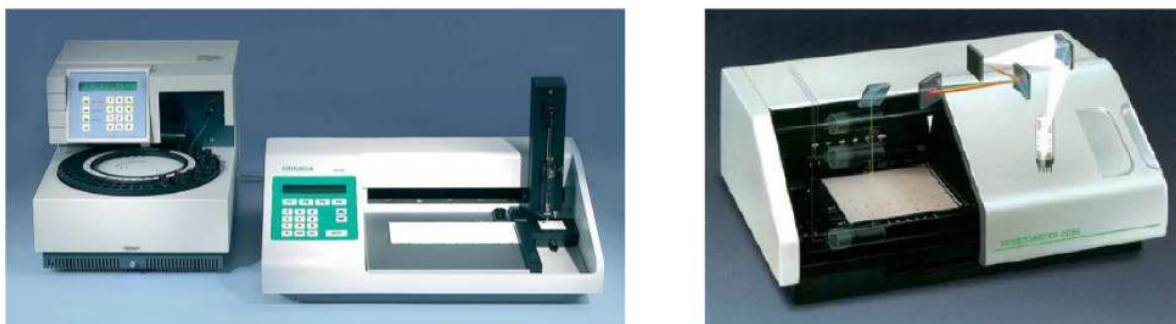


Рисунок 8.7 – Аплікатор AS 30 | Денситометр CD 60

8.5. Іонообмінна хроматографія

Іонообмінна хроматографія призначена для визначення неорганічних та органічних іонів (аніонів і катіонів). Найбільш поширений аналіз, який проводять на іонному хроматографі – це визначення неорганічних іонів у воді (питної, бутильованої, стічних вод). Для аналізу за допомогою іонного хроматографа характерно використання кислоти або лугу як елюентів і кондуктометричного детектора (детектора фонові провідності), тому обов'язковою умовою є хімічна інертність усіх внутрішніх поверхонь системи та наявність супресора (пригнічення фонові провідності) для підвищення чутливості приладу.

Іонний обмін – це процес, при якому розчин і тверда речовина, яка перебуває з ним у контакті, обмінюються іонами одного і того самого знаку.

Іоніти – природні та синтетичні – глини, цеоліти високомолекулярні сполуки можна розділити на дві основні групи:

– *катіоніти* – смоли, які містять кислотні функціональні групи, в яких атоми водню обмінюються з іншими катіонами, що є в розчині. Реакцію катіоніта можна представити таким чином:



– *аніоніти* – смоли, які містять основні функціональні групи, наприклад $-\text{NH}_3^+\text{OH}^-$. У цьому випадку обмінюються гідроксид іони на аніони, які є в розчині: $\text{R-NH}_3^+\text{OH}^- + \text{Cl}^- \leftrightarrow \text{R-NH}_3^+\text{Cl}^- + \text{OH}^-$.

Рухливою фазою в іонному обміні є водний розчин, нерухоною – іонообмінна смола, поміщена в стовпчик (скляну трубку або звичайну бюретку). Смола має властивість набухати у воді, тому іонообмінник готують заздалегідь. Необхідно також простежити за тим, щоб у колонці між зернами іоніту не затрималися пухирці повітря, тому що вони будуть знижувати ефективність колонки, перешкоджаючи контакту іонів з іонітом.

Наприклад, колонка заповнена катіонітом у H^+ -формі. Аналізований розчин повільно пропускають через підготовану колонку, у результаті іонного обміну іони, які визначають, розподіляються

по стовпчику шарами відповідно до їх спорідненості до іоніту. Першими будуть осідати на іоніті ті іони, які з більшою швидкістю беруть участь в іонному обміні. Відповідно до рядів селективності під час поділу суміші, наприклад Ni^{2+} , Cu^{2+} , Co^{2+} , у колонці після повного поділу будемо спостерігати три забарвлені зони: I – Ni^{2+} ; II – Cu^{2+} ; III – Co^{2+} (рис. 8.8).

Тепер необхідно елюювати розділені катіони та зробити кількісний аналіз. Для цього колонку промивають розчином елюента (у цьому випадку розчином соляної кислоти певної концентрації). Вимивання відбувається у зворотному порядку, тобто першим буде елююватись Co^{2+} , що пізніше всіх осів на іоніті, потім Cu^{2+} та останнім – Ni^{2+} . Одночасно відбувається регенерація колонки.

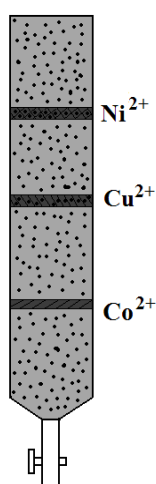


Рисунок 8.8 – Іонообмінна колонка



Рисунок 8.9 – Іонна хроматографічна система Dionex ICS-6000

Для одержання хроматограми виробляється відбір певних порцій елюата та їх аналіз тим або іншим способом. Метод аналізу обирається залежно від властивостей зразка – хімічний, фізико-хімічний або фізичний. Часто вимірюють показник заломлення, використовують фотометричні та інші методи. Результати вимірів записують у вигляді кривої залежності вимірюваної величини від обсягу елюата.

Іонний хроматограф (рис. 8.9) залежно від моделі може бути додатково обладнаний генератором елюентів, що значно спрощує роботу оператора та збільшує точність аналізу.

8.6. Паперова хроматографія

Хроматографія на папері – це різновид розподільної хроматографії (рис. 8.10). Носієм нерухомої фази є хроматографічний папір. Для цього часто використовують щільний фільтрувальний папір, який виконує роль колонки.

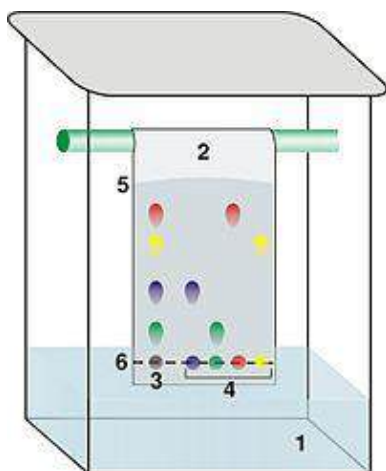


Рисунок 8.10 –
Паперова
хроматографія

Для розділення суміші на папір (полоска довжиною 15–30 см, шириною 3–5 см) наносять краплю досліджуваного розчину і кінець паперу поміщають у розчинник (рухома фаза) у хроматографічну камеру. Після проходження розчинника через усю полосу паперу його виймають і сушать. Якщо компоненти проби незабарвлені, то папір обприскують відповідними реактивами, що утворюють забарвлені продукти. За площею забарвленої плями визначають вміст компонента.

8.7. Хроматограма та її характеристики

Хроматограма являє собою двовимірний графічний запис, отриманий на абсорбуючому середовищі, що показує поділ речовин за допомогою хроматографії. На хроматограмі утворюється видимий рисунок, піки або плями, що відображає фізичне розділення компонентів суміші (рис. 8.11).

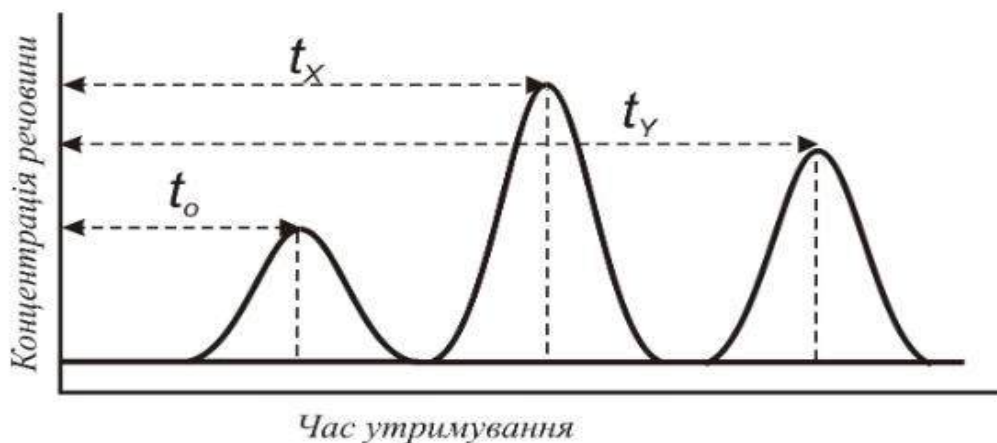


Рисунок 8.11 – Хроматограма суміші речовин X та Y:

t_0 – час появи піку розчинника; t_x ; t_y – час появи елюатних піків речовин X та Y

Хроматограма – це остаточний запис усього процесу хроматографії. З нього отримують параметри, що являють собою аналітичний інтерес. Це можна отримати у вигляді електронного файлу, друкованої гістограми або на технологічному носії; наприклад на папері.

Аналізи хроматограм зазвичай вимагають використання засобів контролю або стандартів, речовин із відомою ідентичністю та концентрацією. Аналіз цих контролів дозволяє встановити шляхом порівняння з характерними зразками компонентів досліджуваної проби.

На хроматограмі можна спостерігати та аналізувати, як проводився поділ компонентів суміші. Оптимальне його дослідження дозволяє серед інших аспектів ідентифікувати речовину, продемонструвати її чистоту, кількісно визначити кількість речовин, присутніх у суміші.

Отримана інформація може бути якісною; наприклад, коли речовини ідентифіковані та визначена їх чистота. Кількісна інформація стосується визначення кількості компонентів у суміші та концентрації відокремленого аналіту.

Аналізуючи площу піку хроматограми, можна розрахувати концентрацію компонентів зразка. Отже, площа піку пропорційна кількості речовини, присутньої у зразку. Ці кількісні дані отримують у високочутливих системах, таких як, наприклад, системи, що генеруються за допомогою газової або рідинної хроматографії.

Хроматограма може бути сформована безпосередньо на папері або тонкому шарі, безпосередньо показуючи розподіл або розподіл компонентів зразка, що є важливим для розділення та вивчення кольорових речовин, що мають природні пігменти, такі як хлорофіл.

Основні фактори, що впливають на роздільну здатність колонок

Вид нерухомої фази (сорбента) відіграє основну роль у розділенні компонентів. Якщо немає довідникових даних з абсорбційної або адсорбційної здатності нерухомої фази, користуються загальним принципом «подібне розчиняється у подібному». Як рідкі нерухомі фази використовують: алкілові ефіри двох основних

органічних кислот (фталевої, себацинової, адипінової), полігліколі, ефіри полігліколів, високомолекулярні вуглеводні (сквалани, апіезони). Рідкі нерухомі фази перед поміщенням у хроматографічну колонку наносять на зерна твердого носія.

До твердих носіїв висуваються такі вимоги: хороша змочуваність рідкою фазою; низька адсорбційна здатність; розвинена питома поверхня (від 1 до 100 м²/г); однорідність частинок за розмірами; механічна стійкість. Як тверді носії використовують: кізельгури, діатоміти, молекулярні сита, синтетичні пористі носії (тефлон, дивінілстирольні полімери). Твердими нерухомими фазами зазвичай є силікагелі, активоване вугілля, оксид алюмінію, природні та штучні цеоліти. До них висуваються ті самі вимоги, що і до твердих носіїв, крім двох перших пунктів.

Природа газу-носія – використовують переважно гелій, водень, азот, аргон.

Швидкість потоку газу-носія. Для кожної колонки є своя швидкість газу-носія, яка відповідає максимальній ефективності колонки і визначається експериментально.

Температура колонки. Хроматографічне розділення проводиться переважно за постійної температури колонки (в ізотермічному режимі). Підвищення температури зменшує сорбційні здатності компонентів. Це може по-різному впливати на коефіцієнт селективності нерухомої фази, тому оптимальна температура вибирається експериментально.

Матеріал, розміри і форма колонок. Матеріал колонок має бути інертним до речовин, з яких складається проба. Найчастіше це нержавіюча сталь, мідь, латунь, скло, полімерні матеріали. Внутрішній діаметр аналітичних колонок становить 2–10 мм. Довжина колонки вибирається експериментально від 1 до 10 м.

Розмір проби. Величина проби повинна бути такою, щоб компоненти, які необхідно розділити, поміщалися на одній теоретичній тарілці колонки. Зазвичай об'єм газової проби становить 0,1–10 мл, рідкої – 0,1–10 мкл.

Питання для самоконтролю

1. В аналізі широко застосовують буферні розчини для:

- а) забарвлення розчинів;
- б) підтримки сталості певного значення рН середовища;
- в) утворення комплексних сполук;
- г) зміни рН середовища.

2. Хроматографія має ряд технік виконання розділення речовин, серед яких:

- а) колонкова, капілярна;
- б) паперова;
- в) тонкошарова;
- г) усі відповіді правильні.

3. Хроматографія має ряд механізмів розділення речовин, серед яких:

- а) іонообмінна;
- б) осадова;
- в) розподільна;
- г) усі відповіді правильні.

4. У чому полягає сутність методу іонообмінної хроматографії:

- а) рівноважне зв'язування макромолекули з малою молекулою, до якої вона має високу специфічність;
- б) встановлення рівноважної адсорбції між іонами;
- в) обмін іонів, які містяться у розчині з іонами іонообмінної смоли;
- г) встановлення адсорбційної рівноваги між нерухомою рідиною та рухомою твердою фазами.

5. Катіоніти – це смоли, на яких відбувається процес:

- а) обміну катіонами;
- б) відновлення;
- в) обміну аніонами;
- г) обміну гідроксильних груп.

6. Метод поділу та аналізу сумішей, сутність якого лежить у розподілі компонентів суміші між двома фазами: нерухоною (стаціонарною) та рухоною (мобільною), яка проходить через нерухому фазу, називається _____.

7. Підібрати пару:

- 1) адсорбційна;
- 2) абсорбційна;
- а) концентрування компонентів на поверхні розділу між газовою або рідкою фазою і твердою фазою (адсорбентом); наслідком цього є поглинання адсорбентом частини розчиненої речовини або газу з об'єму розчину чи газової суміші;
- б) розподілення речовини між газовою і рідкою фазами (абсорбентом); за досягнення рівноваги концентрація речовини в розчині залежить від концентрації або парціального тиску компонента в газі.

8. За апаратним оформленням або за способом розміщення нерухої фази, якої хроматографії не існує:

- а) колонкової;
- б) площинної;
- в) паперової;
- г) іонообмінної.

9. Виберіть зі списку речовини, які можуть виступати у ролі твердої нерухої фази: силікагелі, водень, азот, активоване вугілля, оксид алюмінію, гелій, природні та штучні цеоліти, аргон.

10. Об'єм газової проби становить _____ мл, рідкої – _____ мкл.

Тема 9. Радіометричні та радіохімічні методи аналізу

Радіометрія – це сукупність методів вимірювання активності радіонуклідів. Методи радіометрії використовують для вирішення різноманітних завдань, починаючи зі сфери досліджень радіоізотопних індикаторів і закінчуючи датуванням в археології і геології. Звичайно, вимірювання активності радіонуклідів проводять відносними методами: порівнянням досліджуваних радіоактивних джерел зі зразками або за допомогою попередньо відкаліброваних приладів. Абсолютні вимірювання здійснюють за допомогою газорозрядних лічильників, іонізаційних камер.

Одиниці вимірювання інтенсивності радіоактивного випромінювання та дози опромінення, біологічна дія іонізуючого випромінювання є предметом вивчення навчальної дисципліни «Безпека життєдіяльності» (Желібо Є. П., Сагайдак І. С. Безпека життєдіяльності : навч. посіб. Ірпінь : Університет ДФС України, 2020. 256 с. (Серія «На допомогу студенту УДФСУ»; т. 59), яка є однією з передумов вивчення курсу «Інструментальні методи досліджень та сенсорний аналіз».

9.1. Іонізаційні, сцинтиляційні, фотографічні методи реєстрації випромінювання

Електроскоп є одним з найдавніших і найпростіших приладів, що використовують для виявлення радіоактивності. Якщо зразок радіоактивної речовини розмістити недалеко від зарядженого електроскопа, то випромінювання створює у газі навколо електроскопа іонну провідність.

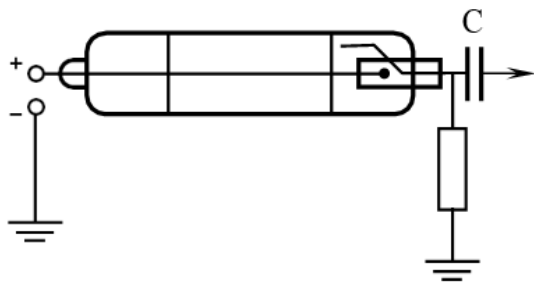
Метод фотоемульсій. Цей метод є історично першим експериментальним методом реєстрації ядерних випромінювань. Фотографічний метод виявлення радіоактивності полягає в експонуванні фотографічної емульсії аргентум (I) галогеніду під дією високоенергетичного випромінювання. Під час проявлення фотоемульсії на ній виявляються темні ділянки, які вказують на попадання на них випромінювання. Цей метод є нескладним і дає можливість виявляти випромінювання навіть зі слабкою

інтенсивністю. Так, на фотографічних пластинах вдається зареєструвати сліди окремих часток, наприклад α -частинок, що містяться у космічних променях. Цей метод виявлення радіоактивності широко застосовується для визначення дози опромінення, отриманої персоналом під час роботи з радіоактивними ізотопами в лабораторних і промислових умовах.

Іонізаційні камери. Залежно від призначення іонізаційні камери можуть бути імпульсними та інтегральними. Перші використовуються для реєстрації окремих часток і на сьогодні витіснені більш зручними давачами. Інтегральні іонізаційні камери реєструють іонізацію, що створюється у їх чутливому об'ємі сталою чи змінною (радіоактивність повинна змінюватись повільно) радіоактивністю, і використовуються здебільшого для вимірювання потужності доз випромінювання. Від імпульсних вони відрізняються способом приєднання до реєструючого пристрою.

Газорозрядні лічильники. Ці лічильники є конденсаторами, до пластин яких прикладена висока напруга. Існують пропорційні лічильники, які працюють у пропорційній ділянці напруг і використовуються як для реєстрації окремих часток, так і для розпізнавання їх за енергіями, а також лічильники Гейгера-Мюллера (рис. 9.1), що працюють у ділянці самостійного розряду і використовуються для визначення числа часток, незалежно від їх енергії.

Лічильник Гейгера-Мюллера являє собою наповнену газом (наприклад, аргоном з домішками парів етанолу, за тиску близько 0,1 атм) скляну трубку з двома електродами, до яких прикладено напругу близько 1 000 В. У разі попадання в трубку будь-якої частинки з високою енергією, наприклад α - чи β -частки, виникає лавинний процес утворення іонів і між електродами з'являється іонна провідність. Із ввімкненого послідовно з лічильником резистора на вихід реєструючого пристрою надходить імпульс напруги. За показниками електронного індикатора імпульсів визначається число швидких заряджених часток, зареєстрованих лічильником.



а) схема лічильника
Гейгера-Мюллера



б) дозиметр Терра-П
побутовий дозиметр
(з вмонтованим гамма-,
бета-чутливим лічильником
Гейгера-Мюллера)

Рисунок 9.1 – Лічильник Гейгера-Мюллера

Сцинтиляційні лічильники. Світіння деяких речовин під впливом радіоактивних випромінювань відоме ще з часів К. Рентгена, який використовував для якісної дозиметрії люмінесценцію цинк сульфід. Для ряду речовин світіння після дії радіації можна пояснити переходом атомів і молекул із збуджених станів, що виникли під дією радіації, в основний. Час, упродовж якого висвічується, наприклад, половина збуджених атомів і молекул, характеризує механізм переходу. Якщо константи світіння мають величину 10^{-8} – 10^{-9} с, то сцинтиляційний процес називають *флуоресценцією*. За тривалого характеристичного світіння процес називають *фосфоресценцією*. Однак рахувати спалахи світла оком незручно та ненадійно. Сцинтиляційні лічильники знайшли широке розповсюдження тільки тоді, коли спалахи світла почали реєструвати фотоелементом.

У разі дії радіоактивної частки сцинтилятор дає спалах світла, який на фотоелементі перетворюється в імпульс струму, посилюється електронним помножувачем та лінійним підсилювачем і подається на індикатор.

Як сцинтилятори використовуються різні неорганічні та органічні люмінофори. Це, наприклад, ZnS, активований сріблом або міддю, NaI(Tl), CaWO₄, MgWO₄, LiI(Sn), нафтаген, антрацен, стильбен та тверді розчини цих речовин у пластмасах (полістирені, полівінілтолуені). Рідкі сцинтилятори – це розчини деяких флюоресцентних органічних речовин у розчинниках (наприклад, розчин нафтагену в толуені). Сцинтиляційні лічильники можна зробити чутливими до одного виду випромінювання і малочутливими до іншого.

Сцинтиляційні лічильники володіють рядом переваг порівняно з йонізаційними камерами і лічильниками Гейгера-Мюллера. Оскільки інтенсивність світлового спалаху пропорційна енергії частинки (за умови її повного поглинання), сцинтиляційні лічильники можуть не тільки рахувати кількість радіоактивних часток, але й ідентифікувати їх за енергіями.

9.2. Фізичні та хімічні методи реєстрації радіоактивного випромінювання, їх загальна характеристика

Напівпровідникові лічильники. Принцип дії напівпровідникових лічильників схожий на принцип дії йонізаційних камер. Ядерна частинка, що попадає в електричне поле, створене в низькопровідному середовищі, іонізує його, в результаті чого виникає електричний імпульс. У випадку газової камери частинками-провідниками є електронно-іонні пари, у випадку твердого тіла – електронно-діркові пари. Напівпровідникові детектори мають ряд переваг порівняно з іншими:

- на створення електронно-діркової пари потрібно приблизно в десять разів менше енергії, ніж електронно-іонної, що дає можливість отримати краще електричне розділення;

- напівпровідникові детектори можуть працювати в широкій області енергій іонізуючих часток (від сотень KeV до сотень MeV);

- ці лічильники не потребують високої напруги, мають невеликі розміри, працюють у широкому інтервалі температур, не чутливі до сильного магнітного поля.

Калориметричний метод вимірювання інтенсивності випромінювань. Калориметричний метод заснований на вимірюванні кількості тепла, що виділяється у результаті взаємодії

випромінювання з речовиною. Для цього необхідно, щоб все випромінювання поглиналось у калориметрі, що просто здійснити для α - і β -частинок і важко досягти для γ -випромінювання.

Калориметричні методи дають можливість безпосередньо визначати поглинуту дозу, не вимагають від експериментатора великих зусиль. У разі правильного вибору методики можна отримувати такі точні результати, як і під час іонізаційних вимірювань. Разом з тим калориметрична техніка має і специфічні недоліки, які обмежують її широке використання. Калориметричні методи володіють низькою чутливістю (зазвичай необхідна потужність дози, що перевищує 1 крад/г), потребують великих витрат часу, а необхідна для роботи апаратура виявляється складною і громіздкою. Витрати поглинутої енергії на побічні процеси, крім нагрівання (наприклад, на хімічні перетворення, вторинне випромінювання), призводять до помилок. У більшості випадків побічні процеси можна врахувати за допомогою відповідних поправок.

Калориметричний метод має переваги перед іншими методами у вимірюванні абсолютної активності α - і β -препаратів, тому що зникає потреба у використанні специфічних правил приготування препаратів, які враховують самопоглинання у препараті.

Хімічний метод реєстрації випромінювань. Хімічний метод використовується переважно для вимірювання великих доз (10^3 – 10^5 Р, іноді до 10^9 Р), хоча останнім часом з'явилися дозиметри, чутливі до десятків Р.

Дія хімічних дозиметрів ґрунтується на вимірюванні кількості продуктів хімічної реакції, що відбулась під дією випромінювання. Найчастіше використовується феросульфатний дозиметр, у якому ферум (II) під дією випромінювання окислюється до тривалентного стану, і концентрація останнього вимірюється звичайними хімічними методами. Феросульфатний дозиметр являє собою насичений киснем розчин солі Мора (10^{-2} – 10^{-3}) в 0,8 М розчині сульфатної кислоти. На кожні 100 еВ поглинутої енергії в середньому $15,5 \pm 0,1$ атомів Fe^{2+} переходить у Fe^{3+} . Під час вимірювання доз у інтервалі $4 \cdot 10^3$ – $4 \cdot 10^4$ точність вимірювання не нижча 1 %.

Іноді використовується реакція, заснована на відновленні церій (IV) сульфату до тривалентного стану в сульфатнокислому

середовищі під дією випромінювання. Для вимірювання порівняно низьких доз (20–1 000 Р) використовуються дозиметри з хлорованими вуглеводнями, після опромінення яких виникають ланцюгові реакції, що зумовлює багатократне посилення початково слабкої хімічної реакції.

У тих випадках, коли висока точність вимірювання не обов'язкова, найбільш зручними хімічними дозиметрами є пластикові плівки. Перевага пластиків – їх низька вартість, прозорість для випромінювань, гнучкість, універсальність та доступність. Для дозиметрії використовують такі полімери, як целофан, поліетилен, полівінілхлорид та поліестери.

Завдяки цим перевагам дозиметрія за допомогою пластикових плівок першою отримала промислове застосування у процесах стерилізації харчових та медичних продуктів, де необхідно контролювати дозу, отриману окремими зразками. Інша важлива галузь використання пластикових дозиметрів – вимірювання розподілу доз у глибині виробу і оцінка доз на різних ділянках поверхні скануванням електронним пучком.

9.3. Радіонукліди у хімічному аналізі

Радіоактивні ізотопи досить часто використовуються у хімічному аналізі. Кожний радіометричний метод має свої специфічні особливості і апаратуру. Загальним для всіх методів є використання радіоактивних ізотопів, що вимагає знання їх основних властивостей і техніки безпеки, а також необхідність вимірювання радіоактивності і вміння використовувати відповідну апаратуру.

Пряме визначення хімічних елементів за допомогою радіоактивних реагентів. Метод оснований на осадженні досліджуваного елемента у вигляді малорозчинної сполуки надлишком реагенту заданої концентрації, міченого радіоактивним ізотопом з відомою питомою активністю. Цей метод може використовуватись у всіх випадках селективного утворення досліджуваними іонами нерозчинного осаду з міченим реагентом.

Радіометричне титрування базується на тому, що визначуваний у розчині іон утворює з реагентом малорозчинну сполуку

(або сполуку, яка легко екстрагується). Індикатором у цьому процесі слугує зміна радіоактивності розчину. Точку еквівалентності визначають за зламом кривої титрування (у координатах: об'єм доданого реагенту – радіоактивність титрованого розчину).

Точність методу нижча за точність звичайних методів титрування, тому що поряд із звичайними помилками накладаються помилки вимірювання радіоактивності. Однак помилки, пов'язані з недосконалістю фіксації точки еквівалентності за індикатором, за умови використання радіоактивних індикаторів відсутні.

Радіокулонометричне титрування є варіантом осаджувального радіометричного титрування. У цьому випадку іони титранту регенеруються шляхом електролізу.

Метод ізотопного розведення заснований на розведенні розчину сполуки, міченої радіоактивним ізотопом, неактивним компонентом суміші. У цьому випадку питома активність сполуки, міченої радіоактивним ізотопом, зменшується. Після виділення визначуваної речовини вимірюють її радіоактивність. Знаючи початкову та кінцеву питоми активності, легко визначити вміст досліджуваної речовини. Цей метод дає можливість проводити кількісні визначення компонентів складної суміші, які важко повністю відділити один від одного. Він дає можливість визначити загальний вміст елемента в суміші чи вміст його у визначеному окисненому стані. Методом ізотопного розведення можна визначити вміст рідкісноземельних елементів у суміші, лужних елементів у випадку їх одночасної присутності, амінокислот у суміші, цирконію в присутності титану та гафнію. Метод дозволяє легко визначити вміст рухливого гідрогену в органічних сполуках.

Активаційний аналіз – заснований на утворенні радіоактивних ізотопів із стабільних ізотопів визначуваного елемента, який опромінений ядерними частинками. У результаті активність радіоактивного ізотопу, що утворився, пропорційна числу атомів визначуваного елемента. Активаційний аналіз доцільно використовувати для визначення малих домішок у речовинах великої чистоти, наприклад домішок у напівпровідниках, конструкційних матеріалах ядерних реакторів тощо. Зазвичай аналітичні методи в цьому випадку не використовуються внаслідок малої чутливості.

Визначення вмісту хімічних елементів за їх радіоактивністю. Кількісне визначення радіоактивних, а також нерадіоактивних елементів, що містять у природній суміші ізотопів радіоактивний ізотоп, може бути виконано за їх випромінюванням. Визначають абсолютну радіоактивність (кількість розпадів за 1 с) аналізованого зразка і проводять розрахунок числа атомів радіоактивного ізотопу за законом радіоактивного розпаду.

У зв'язку з труднощами визначення абсолютної радіоактивності цей спосіб є малоприйнятним. Більш розповсюдженим є спосіб вимірювань, у якому радіоактивність аналізованого зразка порівнюється із вимірюваною в точних умовах радіоактивністю еталона, що містить відому кількість визначуваного елемента. Розрахунок результатів аналізу проводять за формулою:

$$p_x = p_e \cdot J_x / J_e, \quad (9.1)$$

де p_x і p_e – вміст визначуваного елемента в аналізованому зразку та еталоні; J_x і J_e – радіоактивність аналізованого зразка та еталона відповідно.

Для серії еталонів доцільним є графічне визначення результатів аналізу за комбінованим графіком у координатах «радіоактивність – вміст визначуваного елемента в еталоні».

Фотонейтронний метод ґрунтується на утворенні нейтронів під дією фотонів високої енергії на ядра хімічних елементів. Нейтрони, що виділяються, реєструють за допомогою нейтронних лічильників. Реакція здійснюється у тому випадку, коли фотони мають енергію, вищу за енергію зв'язку нейтронів у ядрі визначуваного елемента. Для більшості хімічних елементів енергія зв'язку нуклонів у ядрі становить 6–8 МеВ. Енергія зв'язку нуклонів у ядрі дейтерію становить 2,226 МеВ і берилію – 1,666 МеВ. Це дає можливість визначати, наприклад, берилій фотонейтронним методом у присутності інших елементів. Для цього необхідний потік фотонів з енергією 1,666 МеВ і у випадку присутності дейтерію – нижче 2,226 МеВ. Такий потік отримують за допомогою радіоактивних ізотопів, наприклад ^{124}Sb , період напіврозпаду якого рівний 60.1 дні, а енергія γ -променів становить 1,7 і 2,1 МеВ. Визначення проводиться послідовним вимірюванням

густини потоку нейтронів від еталонного та аналізованого зразків графічно чи за формулою:

$$C_x = C_e \cdot J_x / J_e, \quad (9.2)$$

де C_x і C_e – концентрація берилію в досліджуваному розчині та еталоні; J_x і J_e – ефективності потоку нейтронів від досліджуваного зразка та еталону, відповідно.

Під час досліджень необхідно враховувати можливість поглинання повільних нейтронів домішками, які можуть бути в аналізованому зразку, наприклад, ізотопами калію, літію, бору, рідкоземельних елементів тощо. Ця похибка може становити від 4 до 16 %. Необхідно також враховувати можливу похибку, що виникає у товстих зразках внаслідок різниці поглинання γ -променів у аналізованому та еталонному зразках за умови їх неоднакової густини.

Рентгенорадіометричний аналіз базується на вимірюванні X-випромінювання, що виникає у результаті взаємодії іонізуючого випромінювання радіоізотопного джерела з електронами внутрішніх оболонок атомів аналізованої речовини. У *флуоресцентному* варіанті методу вимірюють потік квантів рентгенівської флуоресценції, енергія яких характеризує визначуваний елемент, а інтенсивність – його вміст. В *адсорбційному* варіанті використовують різницю в ступені послаблення пробкою двох чи більше потоків X- чи м'якого γ -випромінювання з близькими енергіями. Вміст елемента в пробі знаходять за порівнянням з вмістом його в еталонному зразку. Для реєстрації випромінювання використовують радіометричну апаратуру з напівпровідниковими чи сцинтиляційними детекторами випромінювання. Межа визначення елементів цим методом становить 10^{-4} – 10^{-10} %, а час визначення від 30 с до 10 хв. Цей метод дає можливість визначити 10–15 елементів одночасно, проводити елементний аналіз складних сумішей і поверхневих шарів матеріалів, а також виявлення руд та каротаж свердловин без відбору проб, за допомогою переносних давачів.

Рентгенівський флуоресцентний аналіз є одним із різновидів рентгенівської спектроскопії. Прилад для цього методу аналізу складається з рентгенівської трубки, кристала-аналізатора чи дифракційної ґратки, що розкладають вторинне Х-випромінювання в спектр, і детектора – лічильника іонізуючого випромінювання. Якісний рентгенівський флуоресцентний аналіз заснований на лінійній залежності квадратного кореня частоти характеристичного Х-випромінювання від атомного номера елемента (*закон Мозлі*), кількісний – на зв'язку між інтенсивністю цього випромінювання і числом випромінюючих атомів. Похибки зумовлені в основному поглинанням характеристичного випромінювання зразком; відносне стандартне відхилення становить 10^{-3} – 10^{-2} . Цей метод аналізу використовується для визначення усіх елементів Періодичної системи, починаючи з натрію, у розчинах та твердих тілах (у межах 10^{-3} – 10^{-4} %), а також для дослідження природи хімічних зв'язків, розподілу валентних електронів, визначення зарядів іонів та ін.

Радіоактивні ізотопи використовуються також для встановлення повноти та чистоти розділення багатокомпонентних сумішей. Контроль розділення під час електрофорезу, електролізу, хроматографії, екстракції тощо легко здійснюється за допомогою радіоактивних ізотопів, що входять до складу компонентів суміші. У цьому випадку можна встановлювати забрудненість однієї фракції розділеної суміші іншим компонентом і ступінь розділення речовини, а отже, перевірити методику звичайного хімічного аналізу.

Питання для самоконтролю

1. Енергія випромінювання, що пройшла за 1 с через 1 см^2 поверхні перпендикулярної до напрямку розповсюдження випромінювання, називається _____ .

2. Для кількісної оцінки дії будь-якого іонізуючого випромінювання в опроміненій речовині введено поняття _____ .

3. Метод _____ ґрунтується на тому, що визначуваний у розчині іон утворює з реагентом малорозчинну сполуку (або сполуку, яка легко екстрагується).

4. Метод _____ заснований на розведенні розчину сполуки, міченої радіоактивним ізотопом, неактивним компонентом суміші.

5. _____ метод оснований на утворенні нейтронів під дією фотонів високої енергії на ядра хімічних елементів.

6. Межа визначення елементів методом _____ становить 10^{-4} – 10^{-10} %, а час визначення від 30 с до 10 хв; метод дає можливість визначити 10–15 елементів одночасно.

7. Енергію іонізуючого випромінювання, поглинуту одиницею маси опроміненої речовини, називають _____ дозою.

8. _____ – це сукупність методів вимірювання активності радіонуклідів.

9. У якому методі під час визначення іону індикатором є зміна радіоактивності розчину:

- а) радіометричне титрування;
- б) визначення вмісту хімічних елементів за їх радіоактивністю;
- в) метод ізотопного розведення;
- г) активаційний аналіз.

10. Рентгенівське випромінювання, пулюївське випромінювання або _____ – короткохвильове електромагнітне випромінювання з довжиною хвилі від 10 нм до 0.01 нм.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу : навч. посіб. / Л. П. Циганок та ін. ; ред. Л. П. Циганок. Дніпропетровськ : ДНУ ім. О. Гончара, 2014. 252 с.
2. Войтко І. І. Інструментальні методи аналізу : конспект лекцій. Київ : Національний авіаційний університет, 2018. URL : <http://er.nau.edu.ua/handle/NAU/30512>
3. Денисюк Р. О., Євдоченко О. С., Писаренко С. В. Інструктивно-методичні матеріали до лабораторних занять з обов'язкової освітньої компоненти «Харчова хімія» для підготовки здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти. Житомир : Вид-во ЖДУ ім. І. Франка, 2023. 42 с. URL : <http://surl.li/hawoj>
4. Довідник товаровознавця і споживача продовольчих товарів : навч. посіб. / за ред. С. В. Князя. Львів : Вид-во Львівської політехніки, 2021. 796 с.
5. Інструментальні методи аналізу. URL : <https://udhtu.edu.ua/wp-content/uploads/2018/03/Instrumentalni-metodi-himichnogo-analizu.pdf>
6. Коваленко А. Л. Конспект лекцій з дисципліни «Аналітична хімія» для студентів спеціальностей 161 «Хімічні технології та інженерія», 162 «Біотехнології та біоінженерія». Кам'янське : ДДТУ, 2018. 99 с. URL : <https://www.dstu.dp.ua/Portal/Data/5/8/5-8-k114.pdf>
7. Ларук М. М., Шаповал П. Й., Гумінілович Р. Р. Інструментальні методи аналізу : навч. посіб. Львів : Видавництво Львівської політехніки, 2019. 216 с.
8. Мельничук Д. О., Мельничук С. Д., Войціцький В. М. Аналітичні методи досліджень. Спектроскопічні методи аналізу: теоретичні основи і методика: : навч. посіб. для підготовки студентів вищих навчальних закладів / ред. Д. Мельничук. Київ : ЦП «Компринт», 2016. 289 с.
9. Мураєва О. О. Конспект лекцій з дисципліни «Фізико-хімічні методи аналізу води» (для студентів 2–3 курсів денної та заочної форм навчання напряму підготовки 6.060103 – Гідротехніка (водні ресурси). Харків : ХНУМГ ім. О. М. Бекетова, 2015. 64 с.

10. Олабоді О. В. Сенсорний аналіз харчових продуктів : наук.-допом. бібліогр. покажч. Київ : Національний університет харчових технологій, 2020. 106 с. URL : <http://surl.li/hawoa>

11. Органолептичний аналіз харчових продуктів : методичні рекомендації до лабораторних робіт / Воробець М. М., Сачко А. В., Сема О. В., Борук С. Д. Чернівці : Чернівецький національний університет ім. Ю. Федьковича, 2020. 32 с. URL : <http://surl.li/hawor>

12. Основи сенсорного аналізу : навч. посіб. / О. Б. Ткаченко та ін. Одеса : Видавничий дім «Гельвентика», 2020. 304 с.

13. Основи хімії та методи аналізу харчової продукції : підручник / Н. Черно та ін. Одеса : ОНАХТ, 2018. 280 с.

14. Самойленко С. О., Губський С. М. Сучасні методи дослідження сировини та харчових продуктів : конспект лекцій. Харків : Харківський державний університет харчування та торгівлі, 2019. 73 с. URL : <http://surl.li/hawpl>

15. Светкіна О. Ю., Нетяга О. Б., Тарасова Г. В. Фізико-хімічні методи аналізу : методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт. Дніпро : НТУ «Дніпровська політехніка», 2020. 30 с. URL : <http://surl.li/hawpx>

16. Сенсорний аналіз : навч. посібник у структурно-логічних схемах / Дубініна А. А., Щербакова Т. В., Черевична Н. І., Шмиголь О. В. Харків : Харківський державний університет харчування та торгівлі, 2018. URL : <http://surl.li/hawnk>

17. Сенсорний аналіз харчових продуктів : навч. підручник / Ф. Ф. Гладкий та ін. Харків : Технологічний центр, 2018. 132 с. URL : <http://surl.li/hawnb>

18. Спасьонова Л. М., Тобілко В. Ю., Пилипенко І. В. Інструментальні методи хімічного аналізу : навч. посіб. Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. 69 с. URL : <http://surl.li/hawpa>

19. Чорна Т. М. Теоретичні основи товарознавства : навч. посіб. Ірпінь : Університет ДФС України, 2021. 598 с. URL : <http://surl.li/hawty>

Інформаційні ресурси

1. Офіційний вебсайт Державної служби України з питань безпечності харчових продуктів та захисту споживачів. URL : <https://dpss.gov.ua/>
2. Офіційний вебсайт Міністерства економіки України. URL : <https://www.me.gov.ua/>
3. Офіційний вебсайт ДП «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»). URL : http://uas.gov.ua/zagalni_vidomosti/
4. Офіційний вебсайт Торгово-промислової палати України. URL : <https://uccr.org.ua/>
5. Офіційний вебсайт Національної бібліотеки України ім. В. І. Вернадського. URL : <http://www.nbuv.gov.ua/>

Навчальне видання

Сагайдак Ірина Степанівна
Качур Ірина Володимирівна

ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА СЕНСОРНИЙ АНАЛІЗ

Навчальний посібник

Відповідальний за випуск *А. В. Лавренюк*

Відповідальний редактор *М. М. Грабарчук*

Редактори *Л. Б. Дьомена,
О. В. Данильчик*

Форматування та
комп'ютерна верстка *Д. П. Завальницька*

Здано до друку 03.07.2023. Формат 60×84/14
Папір офсетний № 1. Гарнітура «Times New Roman»
Ум. друк. арк. 11.2
Наклад 300 прим. Замовлення № 1047

Підготовлено до друку Видавничо-поліграфічним центром
«Державний податковий університет»
Державного податкового університету
08205, вул. Університетська, 31, м. Ірпінь, Київська область,
Україна

*Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи
до державного реєстру видавців, виготовлювачів і
розповсюджувачів видавничої продукції
Серія ДК № 7669 від 20.09.2022*