

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ І. І. МЕЧНИКОВА
ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ ТА ФАРМАЦІЇ

Чеботарьов О. М., Щербакова Т. М.,
Гузенко О. М., Рахлицька О. М.

БРОМАТОЛОГІЯ

Методичні вказівки до курсу
«Аналітична хімія докiлля з основами броматологiї»
для студентiв факультету хiмiї та фармацевтiї
першого (бакалаврського) рiвня освiти

ОДЕСА
ОНУ
2020

УДК 543.68:543.2:543.05

Ч 343

Рецензенти:

Р. Є. Хома, кандидат хімічних наук, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії Одеського національного університету імені І. І. Мечникова;

А. С. Труба, кандидат хімічних наук, доцент кафедри неорганічної хімії та хімічної екології Одеського національного університету імені І. І. Мечникова.

Рекомендовано до друку вченою радою
ОНУ імені І. І. Мечникова.
Протокол № 3 від 22.10.2019 р.

Чеботарьов О. М.

Ч 343 Броматологія : методичні вказівки для студентів ф-ту хімії та фармації / О. М. Чеботарьов, Т. М. Щербакова, О. М. Гузенко, О. М. Рахлицька. – Одеса : Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова, 2020. – 44 с.

Методичні вказівки складено відповідно до програми курсу «Аналітична хімія докільця з основами броматології». Вони містять структуру, зміст навчальної дисципліни за розділом «Броматологія» та методики виконання лабораторних робіт, призначені студентам III курсу факультету хімії та фармації ОНУ імені І. І. Мечникова.

Методичні вказівки можуть бути рекомендовані для самостійної роботи студентів природничих факультетів при підготовці до занять з тем, пов'язаних з пробопідготовкою та хімічним аналізом харчових продуктів і вихідної сировини.

УДК 543.68:543.2:543.05

ЗМІСТ

ВСТУП	5
I. СТРУКТУРА ТА ЗМІСТ НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ «АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ ДОВКІЛЛЯ З ОСНОВАМИ БРОМАТОЛОГІЇ» ЗА РОЗДІЛОМ «БРОМАТОЛОГІЯ»	7
1. Програма навчальної дисципліни «Аналітична хімія довкілля з основами броматології» за розділом «Броматологія»	7
2. Структура навчальної дисципліни «Аналітична хімія довкілля з основами броматології» за розділом «Броматологія»	9
3. Теми лабораторних занять	10
4. Самостійна робота студента	10
5. Індивідуальна робота студента	11
6. Методи навчання	11
7. Методи контролю	11
II. МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ	12
<i>Лабораторна робота № 1</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ БОРОШНА	12
<i>Лабораторна робота № 2</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ В ФРУКТОВИХ НАПОЯХ	14
<i>Лабораторна робота № 3</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ МОЛОЧНИХ ПРОДУКТІВ	15
<i>Лабораторна робота № 4</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ ХЛІБА	17
<i>Лабораторна робота № 5</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ СОЛЕЙ КАЛЬЦІЮ У ЦУКРОВИХ РОЗЧИНАХ	19

<i>Лабораторна робота № 6</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ СОЛЕЙ КАЛЬЦІЮ І МАГНІЮ У ВИРОБНИЧІЙ ВОДІ	21
<i>Лабораторна робота № 7</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ ХЛОРИДУ НАТРІЮ У ВЕРШКОВОМУ МАСЛІ	23
<i>Лабораторна робота № 8</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ ЛАКТОЗИ У МОЛОЦІ	25
<i>Лабораторна робота № 9</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ СУМАРНОГО ВМІСТУ САХАРІВ В КОНДИТЕРСЬКИХ ВИРОБАХ	27
<i>Лабораторна робота № 10</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ ЯЄЧНОГО ПОРОШКУ	32
<i>Лабораторна робота № 11</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ ЛИМОННОЇ КИСЛОТИ В ПЛОДОВО- ЯГІДНІЙ СИРОВИНІ	33
<i>Лабораторна робота № 12</i>	
ВИЗНАЧЕННЯ НІТРИТІВ І НІТРАТІВ В М'ЯСНИХ ПРОДУКТАХ	35
Перелік питань для підсумкового опитування	39
Список рекомендованої літератури	40

ВСТУП

Основою життєдіяльності організму людини є постійний обмін речовинами з навколишнім середовищем. З нього людина одержує кисень, воду та їжу. Для підтримання збалансованого стану організму харчові продукти повинні забезпечувати всі фізіологічні потреби організму. У поточний час харчові продукти увійшли до об'єктів, найбільш важливих для аналітичної хімії. Пов'язано це, зокрема, зі зміною самих продуктів харчування. У багатьох з них потрібно визначати консерванти, ароматизатори, барвники та інші речовини, які спеціально вводяться до їх складу. В продукти харчування можуть потрапити залишки пестицидів, які застосовуються в сільському господарстві, важкі метали з апаратури, тари та з ґрунту, на якому вирощувалися рослини, які слугували сировиною для виготовлення харчових продуктів або використовувалися для відгодівлі худоби. Постійно з'являються нові продукти харчування: напої, м'ясні вироби, солодощі та інші. До харчових продуктів відноситься також питна вода, якість якої необхідно контролювати постійно. Тому *метою курсу* «Аналітична хімія доквілля з основами броматології» за розділом «Броматологія» є цілеспрямована підготовка кадрів, які знають хімічний склад і особливості продуктів харчування, здатні забезпечувати професійний аналітичний контроль продуктів та сировини, який засновано на використанні сучасних методів розділення, концентрування та визначення речовин.

Після вивчення теоретичного курсу і виконання лабораторних робіт студенти повинні *знати*: походження, склад харчових продуктів, харчову, біологічну та енергетичну цінність продуктів, яка визначається вмістом в них білків, жирів, вуглеводів, мінеральних компонентів, вітамінів, органічних кислот, смакових та ароматичних речовин; методи пробовідбору та пробопідготовки; методи виділення та визначення окремих компонентів харчових продуктів.

В результаті вивчення розділу «Броматологія» студенти повинні *вміти*:

- класифікувати об'єкти аналізу за їх фізико-хімічними характеристиками та особливостями складу;
- проводити пробовідбір та пробопідготовку, оптимальні для визначення даного компонента в даному об'єкті;
- застосовувати методи виділення і концентрування визначуваних компонентів харчових продуктів;
- використовувати хімічні, фізико-хімічні та фізичні методи визначення компонентів сировини та харчових продуктів;
- обчислювати результати аналізу та робити висновки щодо їх відповідності нормам, затвердженим Держстандартом.

В методичних вказівках приведені лабораторні роботи по визначенню мікро- і макрокількостей компонентів в деяких харчових продуктах та сировині рослинного та тваринного походження для їх виготовлення із використанням хімічних та фізико-хімічних методів.

**I. СТРУКТУРА ТА ЗМІСТ НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ
«АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ ДОВКІЛЛЯ З ОСНОВАМИ БРОМАТОЛОГІЇ»
ЗА РОЗДІЛОМ «БРОМАТОЛОГІЯ»**

1. Програма навчальної дисципліни «Аналітична хімія довкілля з основами броматології» за розділом «Броматологія»

Модуль 1. Змістовий модуль 1. Загальна характеристика та класифікація продуктів харчування та їх складових.

Тема 1. Основні задачі та особливості броматології, об'єкти аналізу. Термінологія. Харчова, біологічна і енергетична цінність харчових продуктів.

Харчові продукти тваринного і рослинного походження, які використовують у незмінному, обробленому або переробленому вигляді у харчуванні людини.

Визначення харчової, біологічної і енергетичної цінності харчових продуктів. Вміст в харчових продуктах білків, жирів, вуглеводів, мінеральних компонентів, вітамінів, органічних кислот, смакових і ароматичних речовин.

Тема 2. Білки. Амінокислоти як основні структурні частини молекул білків.

Білки – пластичний і структурний матеріал, з якого складаються всі клітини, тканини і органи. Структура білка. Функції білків в організмі. Амінокислоти як основні структурні частини молекул білків. Класифікація амінокислот. Функції амінокислот в організмі.

Тема 3. Біологічна роль жирів і ліпідів. Класифікація вуглеводів за їх будовою, біологічними функціями та харчовою цінністю.

Жири і ліпіди – основні структурні компоненти клітинних мембран. Тваринні, рослинні та штучні жири. Класифікація вуглеводів за їх будовою, біологічними функціями та харчовою цінністю.

Тема 4. Вітаміни та мікроелементи в організмі. Модифікатори структури їжі. Харчові добавки і штучні продукти харчування.

Класифікація і функції вітамінів. Вода, солі, мікроелементи.

Модифікатори структури їжі. Запах та смак їжі. Харчові добавки. Штучні продукти харчування.

Модуль 2. Змістовий модуль 1

Тема 1. Пробовідбір та пробопідготовка до аналізу різноманітних об'єктів рослинного і тваринного походження. Розкладання зразків об'єктів харчових продуктів.

Аналіз – головний засіб контролю якості сировини, харчових продуктів, харчового виробництва. Пробовідбір та пробопідготовка до аналізу різноманітних об'єктів рослинного і тваринного походження. Розкладання зразків об'єктів харчових продуктів: "сухий" – сплавлення, спікання, термічне розкладання; "мокрый" –кислотна мінералізація; розкладання в закритих сосудах (автоклавах); за допомогою ультразвуку; фоторозкладання; мікрохвильове розкладання.

Тема 2. Зберігання та попередня підготовка харчових продуктів до хіміко-аналітичних досліджень. Методи концентрування та розділення речовин при аналізі харчових продуктів.

Підготовка харчових продуктів до хіміко-аналітичних досліджень. Порівняльна характеристика методів концентрування та розділення речовин при аналізі харчових продуктів: рідинна та твердофазна екстракція, хроматографічні методи, випарювання, виморожування та дистиляція, осадження та співосадження, сорбція. Загальні схеми підготовки проб при визначенні високотоксичних речовин у харчових продуктах.

Тема 3. Хімічні методи аналізу, які використовуються при аналізі харчових продуктів.

Хімічні методи аналізу, які найчастіше використовуються при аналізі харчових продуктів: гравіметричний, титриметричний. Особливості їх використання при аналізі харчових продуктів.

Тема 4. Фізико-хімічні та фізичні методи аналізу, які використовуються при аналізі харчових продуктів.

Фізико-хімічні та фізичні методи аналізу, які найчастіше використовуються при аналізі харчових продуктів: спектрофотометричний, потенціометричний, хроматографічний

(газова, рідинна, тонкошарова та іонообмінна хроматографія), атомно-абсорбційний, атомно-емісійний і люмінесцентний методи та особливості їх використання при аналізі харчових продуктів.

Тема 5. Експрес-методи контролю якості харчових продуктів. Маскування в аналізі харчових продуктів.

Тест-методи для визначення токсичних речовин неорганічної та органічної природи в харчових продуктах. Основні маскуючі речовини, які застосовуються при аналізі харчових продуктів. Кількісна оцінка маскування.

2. Структура навчальної дисципліни «Аналітична хімія доквілля з основами броматології» за розділом «Броматологія»

Назви змістових модулів і тем
Модуль 1. Змістовий модуль 1. Загальна характеристика та класифікація продуктів харчування та їх складових.
Тема 1. Основні задачі та особливості броматології, об'єкти аналізу. Термінологія. Харчова, біологічна і енергетична цінність харчових продуктів.
Тема 2. Білки. Амінокислоти як основні структурні частини молекул білків.
Тема 3. Біологічна роль жирів і ліпідів. Класифікація вуглеводів за їх будовою, біологічними функціями та харчовою цінністю.
Тема 4. Вітаміни та мікроелементи в організмі. Модифікатори структури їжі. Харчові добавки і штучні продукти харчування.
Модуль 2. Змістовий модуль 1. Пробовідбір, пробопідготовка, виділення та визначення компонентів сировини та продуктів харчування.
Тема 1. Пробовідбір та пробопідготовка до аналізу різноманітних об'єктів рослинного і тваринного походження. Розкладання зразків об'єктів харчових продуктів.
Тема 2. Зберігання та попередня підготовка харчових продуктів до хіміко-аналітичних досліджень. Методи концентрування та

розділення речовин при аналізі харчових продуктів.
Тема 3. Хімічні методи аналізу, які використовуються при аналізі харчових продуктів.
Тема 4. Фізико-хімічні та фізичні методи аналізу, які використовуються при аналізі харчових продуктів.
Тема 5. Експрес-методи контролю якості харчових продуктів. Маскування в аналізі харчових продуктів.

3. Теми лабораторних занять

№ п/п	Назва лабораторної роботи
1.	Визначення кислотності борошна
2.	Визначення аскорбінової кислоти у фруктових напоях
3.	Визначення кислотності молочних продуктів
4.	Визначення кислотності хліба
5.	Визначення солей кальцію в цукрових розчинах
6.	Визначення солей кальцію і магнію у виробничій воді
7.	Визначення хлориду натрію у вершковому маслі
8.	Визначення лактози у молоці
9.	Визначення сумарного вмісту сахарів в кондитерських виробках
10.	Визначення кислотності яєчного порошку
11.	Визначення лимонної кислоти в плодово-ягідній сировині
12.	Визначення нітритів і нітратів в м'ясних продуктах

4. Самостійна робота студента

№ п/п	Назва теми
1.	Харчова, біологічна і енергетична цінність харчових продуктів.
2.	Функції білків в організмі. Амінокислоти як основні структурні частини молекул білків. Функції амінокислот в організмі.
3.	Біологічна роль жирів, ліпідів, вуглеводів в організмі.
4.	Харчові добавки та штучні продукти харчування.
5.	Розкладання зразків об'єктів харчових продуктів за допомогою ультразвуку, фоторозкладання та мікрохвильового розкладання.
6.	Методи концентрування та розділення речовин при аналізі

	харчових продуктів: рідинна та твердофазна екстракція, хроматографічні методи, випарювання, виморожування та дистиляція, осадження та співосадження, сорбція.
7.	Особливості використання титриметричного та гравіметричного аналізу при дослідженні харчових продуктів.
8.	Особливості використання хроматографічних методів аналізу при дослідженні харчових продуктів.
9.	Гібридні тест-методи для визначення токсичних речовин неорганічної та органічної природи в харчових продуктах.

5. Індивідуальна робота студента

№ п/п	Назва теми
1.	Використання генетично-модифікованих організмів (ГМО) при виробництві продуктів харчування.
2.	Використання консервантів у харчовій промисловості.
3.	Біологічна роль води в організмі.
4.	Застосування барвників у харчовій промисловості.
5.	Мікроелементози людини.
6.	Вітаміни як невід'ємна складова частина харчових продуктів.

6. Методи навчання

Передача та сприймання навчальної інформації проводиться словесно, наочно та за допомогою лабораторних занять.

Для розвитку пізнавальної діяльності студентів використовується пояснювально-ілюстративний матеріал до відповідних видів занять курсу.

З метою оволодіння новими знаннями, розвитку вмінь і навичок осмислення, засвоєння й закріплення навчального матеріалу застосовують самостійну роботу студентів.

7. Методи контролю

Поточне тестування студентів здійснюється шляхом: опитування студентів на лабораторних заняттях; контролю знань з кожного змістового модуля; оцінювання якості виконання та теоретичного осмислення лабораторних робіт; тестового контролю.

II. МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Лабораторна робота № 1 ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ БОРОШНА

Кислотність борошна обумовлена наявністю в ньому органічних кислот, білкових речовин, кислих фосфатів. При зберіганні в зерні та борошні відбуваються біохімічні процеси, в результаті яких кислотність підвищується. Це відображається на властивостях борошна, насамперед, на якості клейковини. Одночасно з цим борошно набуває неприємного присмаку.

Кислотність прийнято виражати в умовних одиницях (градусах). Градус кислотності – об'єм (мл) розчину гідроксиду натрію з концентрацією $C(1/1 \text{ NaOH}) = 1$ моль/л, необхідний для нейтралізації кислот і кислих солей, що містяться в 100 г борошна.

Борошно по кислотності ділиться на дві категорії. До першої категорії належить борошно, кислотність (град) якого для вищого сорту не більше 3,1 - 3,5, для II сорту - 4,5. Борошно з більш високою кислотністю відноситься до другої категорії.

Мета роботи: освоїти методику визначення кислотності борошна методом алкаліметрії.

Прилади, посуд і реактиви

1. Технічні ваги 3-го класу точності.
2. Бюретка місткістю 25 або 50 мл.
3. Мірний циліндр місткістю 50 мл.
4. Хімічний стакан місткістю 50 мл.
5. Конічна колба місткістю 250 мл.
6. Воронка діаметром 3 см.
7. Фарфорова чашка з товкачиком.
8. Титрований розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1000 моль/л.
9. Спиртовий розчин фенолфталеїну з масовою часткою 1,0 %.

Порядок виконання роботи

Пробопідготовка. Пробу борошна масою ($5 \pm 0,01$) г, зважену на технічних вагах, переносять у порцелянову ступку, додають 50 мл дистильованої води і розтирають товкачиком до однорідної маси. Отриманий розчин кількісно переносять у конічну колбу для титрування.

Аналіз. До титруємої проби додають 2-3 краплі розчину індикатора. Бюретку заповнюють титрованим розчином NaOH.

Точне титрування аналізованої проби виконують не менше двох разів, додаючи титрант поблизу точки еквівалентності по краплям. Вимірюють об'єм титранту по бюретці з точністю до 0,05 мл. Обчислюють середній об'єм титранту, витрачений на титрування.

Розрахунок. Кислотність борошна (град) розраховують за формулою:

$$K = \frac{C(1/1\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot 100}{m},$$

де $C(1/1 \text{ NaOH})$ – концентрація титранту, моль/л;

$V(\text{NaOH})$ – об'єм титранту, витраченого на титрування, мл;

m – маса наважки борошна, г;

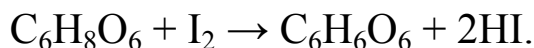
100 – коефіцієнт перерахунку на 100 г продукту.

Контрольні питання

- 1) Який титриметричний метод називається кислотно-основним?
- 2) Вміст яких речовин можна визначити кислотно-основним методом?
- 3) Розчини яких речовин використовуються в якості робочих в кислотно-основному титруванні?
- 4) При яких умовах кислотно-основні індикатори змінюють колір? Приведіть приклади.
- 5) Чим обумовлена кислотність борошна? В яких одиницях вона виражається?

Лабораторна робота № 2 ВИЗНАЧЕННЯ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ У ФРУКТОВИХ НАПОЯХ

Аскорбінову кислоту (вітамін С) додають у напої для підкислення. Кількісне визначення аскорбінової кислоти засноване на її відновних властивостях. При взаємодії з йодом вона окислюється до дегідроаскорбінової кислоти:



Висока концентрація аскорбінової кислоти в напоях перешкоджає взаємодії йоду з іншими відновниками, наприклад, з глюкозою, фруктозою, амілозою.

Для визначення аскорбінової кислоти застосовують метод зворотного титрування: до аналізованої проби додають надлишок йоду, надлишок, який не вступив у реакцію з аскорбіновою кислотою титрують розчином тіосульфату натрію.

Мета роботи: освоїти методику зворотного йодометричного титрування і визначити аскорбінову кислоту в напоях.

Прилади, посуд і реактиви

1. Бюретка місткістю 25 або 50 мл.
2. Піпетки Мора місткістю 5 і 20 мл - по 1 шт.
3. Конічні колби для титрування місткістю 100 мл - 2 шт.
4. Мірні циліндри місткістю 10 і 20 мл – по 1 шт.
5. Воронки діаметром 3 см.
6. Годинникове або покривне скло.
7. Розчин сірчаної кислоти, $C(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 2,0$ моль/л.
8. Розчин йоду, $C(1/2 \text{I}_2) = 0,0100$ моль/л.
9. Розчин крохмалю з масовою часткою 0,5 %.
10. Стандартизований розчин тіосульфату натрію, $C(1/1 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,0200$ моль/л.

Порядок виконання роботи

Аналіз. У колбу для титрування поміщають 20,00 мл фруктового напою, додають 3-4 мл розчину сірчаної кислоти, мірною піпеткою

вводять 10,00 мл розчину йоду, колбу прикривають склом. Протягом 5 хв аскорбінова кислота окислюється, потім надлишок йоду відтитрують розчином тіосульфату натрію до переходу бурого забарвлення у світло-жовте. Додають розчин крохмалю і продовжують титрування до знебарвлення розчину. Виконують три титрування. Розраховують середній об'єм титранту, витрачений на титрування.

Розрахунок. Вміст аскорбінової кислоти в 20 мл напою (m , г) обчислюють за формулою:

$$m = \frac{[C(1/2I_2) \cdot V(I_2) - C(1/1Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3)] \cdot M(1/2C_6H_8O_6)}{1000},$$

де $M(1/2C_6H_8O_6)$ – молярна маса еквівалента аскорбінової кислоти, яка дорівнює 88 г/моль.

Контрольні питання

- 1) Види окисно-відновного титрування.
- 2) Індикатори, які застосовуються при окисно-відновному титруванні.
- 3) Сутність йодометричного титрування.
- 4) З якою метою у фруктові напої додають аскорбінову кислоту?
- 5) В чому полягає визначення аскорбінової кислоти за допомогою зворотного йодометричного титрування. Приведіть реакції.

Лабораторна робота № 3

ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ МОЛОЧНИХ ПРОДУКТІВ

Визначення ґрунтується на потенціометричному титруванні кислих солей, що містяться в молоці, вершках, йогурті, кефірі та інших молочних продуктах.

Мета роботи: оволодіти навичками потенціометричного титрування за допомогою кислотно-основного механізму і визначити кислотність молока, вершків, йогурту, кефіру.

Прилади, посуд і реактиви

1. Установка для потенціометричного титрування зі скляним і хлоридсрібним електродами.
2. Хімічний стакан місткістю 50 мл.
3. Бюретка місткістю 25 мл.
4. Воронка діаметром 3 см.
5. Мірна піпетка місткістю 10 мл.
6. Мірний циліндр місткістю 25 мл.
7. Титрований розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1000 моль/л.

Порядок виконання роботи

Аналіз. У електролітичну комірку піпеткою поміщають 10 мл молочного продукту, додають 20 мл дистильованої води, занурюють електроди і титрують при постійному перемішуванні розчину до різкої зміни рН з подальшою незначною зміною аналітичного сигналу. За результатами титрування будують інтегральну $\text{pH} = f(V_T)$ і диференціальну $\Delta\text{pH}/\Delta V = f(V_T)$ криві титрування. За диференціальною кривою знаходять витрачений об'єм титранту.

Розрахунок. Кислотність молока, кефіру, йогурту, вершків (К, градуси Тернера) розраховують за формулою:

$$K = 10 \cdot V(\text{NaOH}),$$

де $V(\text{NaOH})$ – об'єм титранту, витрачений на титрування, мл;
10 – коефіцієнт перерахунку на 100 мл молочного продукту.

Контрольні питання

- 1) Класифікація електродів у потенціометрії.
- 2) Методи прямої потенціометрії.
- 3) Сутність потенціометричного титрування.
- 4) Як побудувати інтегральну та диференціальну криві потенціометричного титрування.
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення кислотності молочних продуктів?

Лабораторна робота № 4 ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ ХЛІБА

Аналіз визначення кислотності хліба та хлібобулочних виробів засновано на непрямому потенціометричному методі.

Мета роботи: оволодіти навичками потенціометричного титрування за допомогою кислотно-основного механізму і визначити кислотність хліба.

Прилади, посуд і реактиви

1. Потенціометр, що працює в режимі рН, або рН-метр.
2. Скляний і хлоридсрібний електроди.
3. Технічні ваги 3-го класу точності.
4. Хімічний стакан місткістю 50 мл.
5. Бюретка місткістю 25 мл.
6. Мірні піпетки місткістю 20 і 50 мл – по 1 шт.
7. Мірний циліндр місткістю 250 мл.
8. Хімічний стакан місткістю 300 мл.
9. Конічна колба з пришліфованою пробкою місткістю 500 мл.
10. Воронка діаметром 9 см.
11. Скляна паличка з наконечником.
12. Титрований розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1000 моль/л.
13. Марля.

Порядок виконання роботи

Пробопідготовка. Масу наважки ($25 \pm 0,01$ г) м'якушки хліба зважують на технічних вагах, кількісно переносять у конічну колбу, додають 50 мл дистильованої води і розтирають скляною паличкою до однорідної маси. До отриманої суміші доливають 250 мл води, колбу закривають пробкою, струшують 2 хв і витримують 10 хв. Повторюють струшування і знову залишають на 10 хв. Верхній шар рідини зливають і фільтрують через марлю в сухий хімічний стакан. Піпеткою поміщають 20 мл фільтрату в потенціометричну комірку.

Аналіз. Бюретку заповнюють титрованим розчином NaOH. В комірку з розчином, який аналізують, поміщають систему електродів і проводять орієнтовне титрування, додаючи титрант по 1 мл. За різкої зміни рН встановлюють стрибок. Точне титрування проводять у тих же умовах, додаючи титрант в області стрибка по 0,1 мл.

За отриманими даними будують інтегральну $pH = f(V_T)$ і диференціальну $\Delta pH / \Delta V = f'(V_T)$ криві титрування. За диференціальною кривою знаходять об'єм титранту, витрачений на титрування.

Розрахунок. Кислотність хліба (К, градуси) розраховують за формулою:

$$K = \frac{C(1/1NaOH) \cdot V(NaOH) \cdot V_e \cdot 100}{V_n \cdot m},$$

де $C(1/1 NaOH)$ – концентрація титранту, моль / л;

$V(NaOH)$ – об'єм титранту, витрачений на титрування, мл;

V_e – об'єм аналізованого розчину з урахуванням доданої води, мл;

V_n – об'єм проби взятої на аналіз, мл;

M – маса наважки хліба, г;

100 – коефіцієнт перерахунку на 100 г продукту.

Контрольні питання

- 1) Визначення точки еквівалентності у потенціометричному титруванні.
- 2) Методи потенціометричного титрування.
- 3) Переваги та недоліки потенціометричного титрування перед титриметричними методами аналізу з візуальною індикацією моменту еквівалентної взаємодії.
- 4) Як приготувати титрований розчин гідроксиду натрію?
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення кислотності хліба?

Лабораторна робота № 5

ВИЗНАЧЕННЯ СОЛЕЙ КАЛЬЦІЮ У ЦУКРОВИХ РОЗЧИНАХ

Дифузійний сік містить сахарозу і несахара (розчинні білкові, пектинові речовини, продукти їх розпаду, редуциручі цукри, амінокислоти, солі органічних і неорганічних кислот). Несахара перешкоджають отриманню кристалічної сахарози і збільшують втрати цукру з мелясою. Для видалення несахарів з цукрових розчинів їх обробляють вапном з подальшим видаленням його надлишку діоксидом вуглецю. Контроль вмісту солей кальцію в цукрових розчинах, сиропі і меласі здійснюють комплексометрично. Визначення ґрунтується на здатності комплексона III утворювати з кальцієм в лужному середовищі міцну внутрішньокмлексну сполуку – комплексонат кальцію.

Солі кальцію визначають методом зворотнього комплексометричного титрування в присутності амонійного буферного розчину і індикатора – еріохром чорного Т.

Мета роботи: освоїти методику зворотного комплексометричного титрування і визначити вміст солей кальцію в цукрових розчинах (соку, сиропі або мелясі).

Прилади, посуд і реактиви

1. Технічні ваги 3-го класу точності.
2. Бюретки місткістю 25 мл.
3. Піпетки Мора місткістю 10 і 15 мл.
4. Конічна колба для титрування місткістю 250 мл.
5. Мірні циліндри місткістю 10 і 100 мл – по 1 шт.
6. Хімічний стакан місткістю 100 мл.
7. Воронка діаметром 3 см.
8. Скляний шпатель.
9. Титрований розчин комплексона III, $C(1/1 \text{ H}_2\text{Y}^{2-}) = 0,0200$ моль/л.
10. Стандартний розчин сульфату магнію, $C(1/1 \text{ MgSO}_4) = 0,0200$ моль/л.
11. Амонійний буферний розчин, рН 9,25.

12. Індикатор – еріохром чорний Т, суха суміш з хлоридом натрію у масовому співвідношенні 1:100.

Порядок виконання роботи

Аналіз соку, сиропу або меляси. Пробу цукрового розчину ($10 \pm 0,01$ г соку, $5 \pm 0,01$ г сиропу або $1 \pm 0,01$ г меляси), зважену на технічних вагах, кількісно переносять в колбу для титрування, додають 100 мл дистильованої води. До розчину додають 5 мл буферного розчину, 10 або 15 мл (залежно від аналізованого продукту) титрованого розчину комплексона III і 20-30 мг індикатора.

У розчині повинен знаходитися надлишок комплексона III, про що свідчить синє забарвлення розчину. Якщо розчин забарвлений в бузковий або винно-червоний колір, необхідно додати додаткову кількість розчину комплексона III.

Бюретку заповнюють стандартним розчином сульфату магнію. Надлишок комплексона III (H_2Y^{2-}), що не вступив у реакцію, титрують стандартним розчином сульфату магнію до зміни синього забарвлення в вишневий від додавання однієї краплі титранту.

За результатами трьох визначень розраховують середній об'єм розчину сульфату магнію, витрачений на титрування, $V(MgSO_4)$.

Аналогічно виконують титрування 100 мл дистильованої води. Записують об'єм розчину сульфату магнію, витрачений на титрування, $V'(MgSO_4)$.

Розрахунок. Масову частку солей кальцію (ω , %) в цукровому розчині у перерахунку на CaO знаходять за формулою:

$$\omega = \frac{[V(H_2Y^{2-}) - V(MgSO_4)] - [V(H_2Y^{2-}) - V'(MgSO_4)] \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

де m – маса наважки аналізованого продукту, г.

Контрольні питання

- 1) Сутність комплексонометричного методу титрування.
- 2) Яких умов необхідно дотримуватися при комплексонометричному титруванні?
- 3) Комплексонометричні індикатори.

- 4) Чим відрізняється пряме комплексонометричне титрування від зворотного?
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення солей кальцію у цукрових розчинах?

Лабораторна робота № 6 **ВИЗНАЧЕННЯ СОЛЕЙ КАЛЬЦІЮ І МАГНІЮ У** **ВИРОБНИЧІЙ ВОДІ**

Питна вода застосовується у виробництві алкогольних і безалкогольних напоїв і є основною складовою частиною коньяку, вина, горілки, пива, квасу, фруктових вод. Іонний склад води обумовлює смак напоїв, впливає на активну кислотність виробничих середовищ і на протікання біохімічних процесів. Біологічна чистота води визначається стійкістю напоїв.

Визначення у воді солей кальцію і магнію засновано на здатності комплексона III утворювати в лужному середовищі при рН 12-13 комплексні сполуки з Ca^{2+} , а при рН 10 – з Ca^{2+} і Mg^{2+} .

Мета роботи: методом прямого комплексонометричного титрування визначити у виробничій воді вміст Ca^{2+} і Mg^{2+} .

Прилади, посуд і реактиви

1. Бюретки місткістю 25 мл.
2. Піпетки Мора місткістю 25, 50 і 100 мл – по 1 шт.
3. Конічні колби для титрування місткістю 300 мл – 2 шт.
4. Мірний циліндр місткістю 10 мл.
5. Хімічний стакан місткістю 100 мл.
6. Воронка діаметром 3 см.
7. Скляний шпатель.
8. Титрований розчин комплексона III, $\text{C}(1/1 \text{H}_2\text{Y}^{2-}) = 0,0200$ моль/л.
9. Амонійний буферний розчин, рН 10.
10. Розчин гідроксиду натрію з концентрацією 2,0 моль/л.
11. Еріохром чорний Т, суха суміш з хлоридом натрію у масовому співвідношенні 1:100.

12. Мурексид, суха суміш з хлоридом натрієм у масовому співвідношенні 1:20. Універсальний індикаторний папір.
13. Фільтрувальний папір.

Порядок виконання роботи

Визначення сумарного вмісту солей кальцію і магнію

Бюретку заповнюють титрованим розчином комплексона III.

У колбу для титрування відбирають піпеткою 50 мл (при очікуваній жорсткості (твердості) 5-10 ммоль/л) або 100 мл (при жорсткості 0,5-5 ммоль/л) аналізованої води (V_n), додають 5 мл амонійного буферного розчину, 20-30 мг індикатора еріохром чорного Т. Розчин забарвлюється у винно-червоний колір. Титрують розчином комплексона III при сильному перемішуванні до переходу забарвлення в синій.

Розрахунок. За результатами трьох титрувань розраховують середній об'єм титранту, що пішов на титрування, обчислюють загальну жорсткість води, тобто сумарний вміст солей кальцію і магнію (Q , ммоль/л):

$$Q = \frac{C\left(\frac{1}{1}H_2Y^{2-}\right) \cdot V\left(\frac{1}{1}H_2Y^{2-}\right) \cdot 1000}{V_{ал.}}$$

За державним стандартом для розрахунку загальної жорсткості води враховують фактор еквівалентності Ca^{2+} і Mg^{2+} ($f_{екв} = 1/2$) і значення Q збільшують в 2 рази.

Загальна жорсткість води не повинна перевищувати 7 ммоль/л у виробництві вина, 6 ммоль/л – пива, 3 ммоль/л – у лікєро-горілчаному і базалкогільному виробництві, 1,2 ммоль /л – у виробництві коньяку.

Визначення солей кальцію. У колбу для титрування поміщають 25 мл аналізованої води (V_n), доводять об'єм до 100 мл дистильованою водою. Рівень води відзначають на колбі склографом. Воду кип'ятять протягом 15-20 хв, періодично додаючи дистильовану воду до позначки, охолоджують струменем водопровідної води і фільтрують в суху колбу через складчастий фільтр. До фільтрату

додають 2 мл розчину гідроксиду натрію до рН 12-13 (за універсальним індикаторним папером) і 10-15 мг індикатора мурексиду. Розчин забарвлюється в червоний колір. При інтенсивному перемішуванні аналізовану пробу титрують розчином комплексона III до переходу забарвлення в лілове.

Розрахунок. За результатами 2-3 титрувань розраховують середній обсяг титранту $V\left(\frac{1}{1}H_2Y^{2-}\right)$ і вміст солей кальцію у воді ($Q(Ca^{2+})$, ммоль/л):

$$Q_{(Ca^{2+})} = \frac{C\left(\frac{1}{1}H_2Y^{2-}\right) \cdot V\left(\frac{1}{1}H_2Y^{2-}\right) \cdot 1000}{V_{ал.}}$$

Вміст солей магнію ($Q(Mg^{2+})$, ммоль/л) знаходять по різниці між загальною жорсткістю води (Q , ммоль/л) і вмістом солей кальцію ($Q(Ca^{2+})$, ммоль/л):

$$Q(Mg^{2+}) = Q - Q(Ca^{2+}).$$

Контрольні питання

- 1) Напишіть рівняння реакції взаємодії трилона Б з сіллю магнію.
- 2) Яке значення має кислотність середовища при комплексометричному титруванні?
- 3) Як приготувати титрований розчин трилона Б?
- 4) Види жорсткості води.
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення солей кальцію і магнію у воді при виробництві напоїв?

Лабораторна робота № 7

ВИЗНАЧЕННЯ ХЛОРИДУ НАТРІЮ У ВЕРШКОВОМУ МАСЛІ

У деяких сортах вершкового масла міститься хлорид натрію, який надає продукту консервуючі та смакові властивості. Масова

частка NaCl у вершковому маслі не повинна перевищувати 1,5 % до маси продукту.

Визначення ґрунтується на обміні іонів натрію з аналізованої проби та іонів водню катіоніту в активній Н-формі і наступному аналізі елюата титриметричним методом.

Мета роботи: освоїти пробопідготовку вершкового масла та визначити вміст хлориду натрію.

Прилади, посуд і реактиви

1. Хроматографічна колонка, заповнена катіонітом КУ-2.
2. Технічні ваги 3-го класу точності.
3. Водяна баня.
4. Мірні піпетки місткістю 10 і 50 мл – по 1 шт.
5. Бюретка місткістю 25 мл.
6. Колба для титрування місткістю 100 мл.
7. Хімічний стакан місткістю 100 мл.
8. Мірний циліндр місткістю 50 мл.
9. Кристалізатор.
10. Покривне скло.
11. Скляна паличка.
12. Титрований розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1000 моль/л.
13. Розчин метилового оранжевого з масовою часткою 0,1 %.

Порядок виконання роботи

Підготовка катіоніту. Перед аналізом катіоніт КУ-2 переводять в активну Н-форму.

Пробопідготовка. У хімічній склянці зважують $5 \pm 0,01$ г вершкового масла, піпеткою додають 50 мл дистильованої води і нагрівають на водяній бані до повного розплавлення масла. Вміст склянки перемішують і залишають до розшарування жиру і води, потім охолоджують у кристалізаторі з холодною водою.

У застиглому шарі жиру скляною паличкою роблять отвір, через який піпеткою відбирають 10 мл витяжки і поміщають в хроматографічну колонку з підготовленим катіоном. Пробу

пропускають зі швидкістю 3-4 краплі/с. Для елюювання кислоти через колонку з такою ж швидкістю пропускають 50 мл дистильованої води. Елюент і промивну воду збирають у конічну колбу.

Аналіз. Пробу титрують розчином NaOH у присутності метилового оранжевого до переходу забарвлення в жовтий колір.

Розрахунок. Масову частку хлориду натрію у вершковому маслі (ω , %) розраховують за формулою:

$$\omega = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot C(1/1\text{NaOH}) \cdot M(1/1\text{NaCl}) \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

де $V(\text{NaOH})$ – об'єм титранту, мл;

m – маса проби, яку аналізують, г;

$C(1/1 \text{ NaOH})$ – молярна концентрація еквівалента титранта, моль/л;

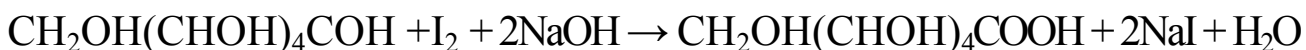
$M(1/1 \text{ NaCl})$ – молярна маса еквівалента хлориду натрію, г / моль.

Контрольні питання

- 1) Загальна характеристика хроматографічних методів.
- 2) Сутність іонообмінної хроматографії.
- 3) Які сорбенти застосовуються в іонообмінній хроматографії?
- 4) Види кислотно-основного титрування.
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення хлориду натрію у вершковому маслі?

Лабораторна робота № 8 ВИЗНАЧЕННЯ ЛАКТОЗИ У МОЛОЦІ

Визначення молочного цукру (лактози) засновано на його здатності окислюватися надлишком йоду в лужному середовищі. Йод окислює лактозу до лактобіонової кислоти, а глюкозу, що утворюється при інверсії сахарози, до глюконової кислоти. Наприклад:



Для виконання аналізу в пробу вводять надлишок йоду, який не вступає в реакцію, а потім залишок I_2 титрують стандартизованим розчином тіосульфату натрію.

Мета роботи: освоїти методику йодометричного титрування на прикладі визначення лактози в молоці.

Прилади, посуд і реактиви

1. Технічні ваги 3-го класу точності.
2. Бюретки місткістю 25 і 50 мл – по 1 шт.
3. Піпетки Мора місткістю 10, 25 і 50 мл – по 1 шт.
4. Градуйовані піпетки місткістю 5 і 10 мл – по 1 шт.
5. Мірна колба місткістю 500 мл.
6. Конічні колби для титрування з притертими пробками місткістю 250 мл – 3 шт.
7. Воронка діаметром 9 см.
8. Розчин сульфату міді, 1 л якого містить 69,26 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.
9. Розчин йоду, $C(1/2 I_2) = 0,05$ н.
10. Розчини гідроксиду натрію з молярною концентрацією 0,1000 і 1,0000 моль/л.
11. Стандартизований розчин тіосульфату натрію, $C(1/1 Na_2S_2O_3) = 0,0500$ моль/л.
12. Розчин хлороводневої кислоти з концентрацією 0,5 моль/л.
13. Розчин крохмалю з масовою часткою 0,5 %.
14. Фільтрувальний папір.

Порядок виконання роботи

Аналіз. Масу наважки молока (25 мл), зважену на технічних вагах, кількісно переносять у мірну колбу, – додають дистильовану воду до половини об'єму колби, вводять 10 мл розчину сульфату міді і 4 мл розчину гідроксиду натрію з концентрацією 1,00 моль/л. Розчин перемішують після додавання кожного компонента, доводять до мітки дистильованою водою і витримують 20-30 хв. Відстояну рідину фільтрують через складчастий фільтр в суху колбу. Перші порції фільтрату відкидають.

Піпеткою переносять 50 мл фільтрату в конічну колбу, додають 25 мл розчину йоду і повільно при безперервному перемішуванні

доливають з бюретки 37,50 мл 0,1000 моль /л розчину NaOH. Колбу закривають пробкою і поміщають в затемнене місце на 10 хв, після закінчення реакції додають 8 мл розчину HCl. Внаслідок виділення йоду розчин набуває бурого забарвлення, його титрують розчином тіосульфату натрію до світло-жовтого забарвлення. Додають кілька крапель індикатора і продовжують титрування до знебарвлення розчину. Записують об'єм розчину (V_1 мл), витрачений на титрування.

Паралельно з аналізом молока проводять контрольне титрування. В іншу конічну колбу поміщають 25 мл розчину йоду і повільно при безперервному перемішуванні доливають з бюретки 37,50 мл 0,1000 моль/л розчину NaOH. Колбу закривають пробкою, залишають у затемненому місці на 10 хв, додають 8 мл розчину HCl. Титрують так само, як досліджувану пробу молока. Записують об'єм розчину тіосульфату натрію (V_2 , мл), витрачений на титрування.

Розрахунок. Масову частку лактози в молоці (ω , %) розраховують за формулою:

$$\omega = \frac{0,018 \cdot (V_2 - V_1) \cdot \rho \cdot 100}{m},$$

де 0,018 – маса лактози, відповідна 1 мл 0,05 моль/л розчину йоду, г;

ρ – густина молока, г/мл ($\rho = 0,97$ г/мл);

m – маса молока, відповідна 50 мл фільтрату ($m = 2,5$ г);

індикатор – крохмаль.

Контрольні питання

- 1) Основи йодометричного методу аналізу.
- 2) Визначення окисників та відновників методом йодометрії.
- 3) Хімічний склад молока.
- 4) Стандартизація розчину тіосульфату натрію.
- 6) Які розрахунки необхідно провести для визначення лактози у молоці?

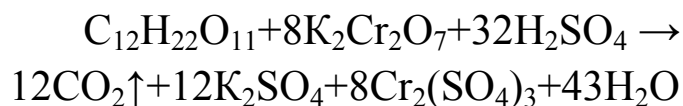
Лабораторна робота № 9

ВИЗНАЧЕННЯ СУМАРНОГО ВМІСТУ САХАРІВ В КОНДИТЕРСЬКИХ ВИРОБАХ

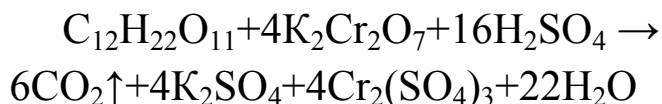
Фотометричне визначення сахарів у продуктах кондитерського виробництва засноване на їх взаємодії з сильним окислювачем – сірчаноокислим розчином дихромата калію. Весь цукор, включаючи сахарозу, в кислому середовищі окислюється до діоксиду вуглецю і води.

Окислювання протікає по таким реакціям:

- для сахарози



- для глюкози і фруктози



Дихромат-іон відновлюється до Cr^{3+} , з'являється синьо-зелене забарвлення. Кількість Cr^{3+} еквівалентна кількості сахарів, які вступили до реакції.

Разом з сахарами дихроматом калію в кислому середовищі окислюються інші органічні сполуки, що містяться в продуктах кондитерського виробництва (декстрини, крохмаль, білкові речовини). Тому перед проведенням основної реакції окислення сахарів водну витяжку обробляють сульфатом цинку і гідроксидом натрію.

Мета роботи: визначити сумарний вміст сахарів у кондитерському виробі (печиво, вафлі, шоколад, пастила, зефір, рахат-лукум, молочна помадка).

Прилади, посуд і реактиви

1. Фотоелектроколориметр КФК-2 з набором кювет.
2. Аналітичні ваги 2-го класу точності.
3. Термометр (100 °С).
4. Водяна баня.

5. Мірні колби місткістю 200 мл і 1 л – по 1 шт.
6. Мірні колби місткістю 100 мл – 6 шт.
7. Мірні піпетки місткістю 10 мл – 3 шт.
8. Конічна колба місткістю 500 мл.
9. Хімічні склянки місткістю 50 і 1000 мл – по 1 шт.
10. Мірний циліндр місткістю 25 мл.
11. Воронка діаметром 9 см.
12. Фарфорова чашка з товкачем.
13. Кристалізатор.
14. Стандартний розчин сахарози з концентрацією 4 мг/мл.
15. Сірчаноокислий розчин дихромату калію з молярною концентрацією еквівалента 1 г-екв/л.
16. Розчин сульфату цинку з молярною концентрацією еквівалента 1 г-екв/л. Розчин гідроксиду натрію з молярною концентрацією еквівалента 1,0000 моль/л ($C(\text{NaOH}) = 1 \text{ н}$).
17. Фільтрувальний папір.

Сірчаноокислий розчин дихромату калію готують розчиненням наважки $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (маса $49 \pm 0,0010 \text{ г}$) у невеликому об'ємі теплої дистильованої води в мірній колбі місткістю 1 л.

Одночасно в хімічному стакані змішують 300 мл дистильованої води з 300 мл концентрованої сірчаної кислоти. При змішуванні концентрованої кислоти з водою слід виявляти особливу обережність, доливаючи кислоту невеликими порціями до води. До розчину дихромату калію обережно додають приготовлений розчин сірчаної кислоти, розчин охолоджують до 20°C під струменем водопровідної води і доводять до мітки дистильованою водою.

Порядок виконання роботи

Побудова градувального графіка. Готують серію стандартних розчинів сахарози. У 6 мірних колб місткістю 50 мл відбирають по 25 мл розчину сірчаноокислого дихромату калію і додають піпеткою 0 – 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 – 10,0 мл розчину сахарози.

Потім вводять 10 – 8,0 – 6,0 – 4,0 – 2,0 – 0 мл дистильованої води до загального об'єму розчину 35 мл. Колби поміщають на водяну

баню з температурою кипіння (на 10 хв), охолоджують у кристалізаторі до 20 °С, доводять до мітки дистильованою водою і ретельно перемішують. Вимірюють оптичну густину забарвлених в зелений колір розчинів, розчин порівняння не містить сахарозу.

Світлофільтр вибирають так, щоб його забарвлення доповнювало забарвлення розчину і світлопоглинання при цьому було максимальне. Оптимальна довжина хвилі світла $\lambda = 670$ нм (червоний світлофільтр).

При виборі кювети враховують, що оптична густина розчину з мінімальною концентрацією крохмалю повинна бути менше 0,1, а розчину з максимальною концентрацією крохмалю – не вище 0,8. Результати вимірювання записують у таблицю.

Вміст сахарози в розчині, мг					
Оптична густина А					

За отриманими результатами будують градувальний графік в координатах: оптична густина А – вміст сахарози в розчині, мг.

Пробопідготовка. Для аналізу кондитерського виробу (печиво, вафлі, пастила, зефір, ірис і т. д.) подрібнену пробу (маса 3-5 г) зважують у хімічній склянці на аналітичних вагах з точністю $\pm 0,0010$ г і розтирають у фарфоровій чашці з 20 мл теплої дистильованої води. Пробу кількісно переносять у мірну колбу місткістю 200 мл, розчин повинен займати половину об'єму колби.

Для отримання водної витяжки цукрів вміст колби нагрівають на водяній бані до 60 °С (для продуктів, які містять муку, наприклад, для печива, нагрівають до 50°С), витримують 15 хв, періодично перемішуючи розчин.

Для осадження нецукрів, які заважають аналізу, до розчину піпетками додають по 10 мл розчинів сульфату цинку і гідроксиду натрію, ретельно перемішують після введення кожного розчину. Колбу охолоджують під струменем водопровідної води до 20°С, доводять до мітки дистильованою водою, ретельно перемішують і фільтрують через складчастий фільтр в суху конічну колбу. Перші

порції фільтрату повертають назад на фільтр, при фотометричних вимірах особливо важлива прозорість розчину.

Аналіз. У мірну колбу місткістю 100 мл мірним циліндром відбирають 25 мл сірчаноокислого розчину дихромату калію, піпеткою відбирають 10 мл фільтрату водяної витяжки. Колбу поміщають на водяну баню при температурі кипіння і нагрівають 10 хв, потім охолоджують в каталізаторі до 20°C, доводять до мітки дистильованою водою і ретельно перемішують. Вимірюють оптичну густину забарвленого розчину щодо розчину порівняння. За градуовальним графіком знаходять концентрацію сахарози в досліджуваному розчині.

Розрахунок. Масову частку загального цукру (ω , %) в аналізованому продукті в перерахунку на сахарозу розраховують за формулою:

$$\omega = \frac{Q_x \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

де Q_x – вміст сахарози в водній витяжці, знайдений за градуовальним графіком, мг/мл;

V_1 – місткість колби, мл;

V_2 – об'єм фільтрату водної витяжки, мл;

m – маса наважки аналізованого продукту, мг.

Контрольні питання

- 1) Класифікація методів молекулярної абсорбційної спектроскопії.
- 2) Основний закон світлопоглинання.
- 3) В чому полягає пробопідготовка кондитерських виробів?
- 4) Приведіть реакції окислення сахарози, глюкози та фруктози сірчаноокислим розчином дихромату калію.
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення сумарного вмісту сахарів в кондитерських виробках?

Лабораторна робота № 10

ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ ЯЄЧНОГО ПОРОШКУ

Методика заснована на кондуктометричному титруванні водного розчину яєчного порошку розчином лугу.

Мета роботи: визначити кислотність яєчного порошку методом кондуктометричного титрування.

Прилади, посуд і реактиви

1. Гідроксид натрію, 0,01 моль/л розчин.
2. Бюретка місткістю 25 мл.
3. Мірна колба місткістю 250 мл з пришліфованою пробкою.
4. Піпетка місткістю 20 мл.
5. Фарфорова ступка з товкачиком.
6. Таймер.
7. Апарат для струшування.
8. Аналітичні ваги.
9. Установка для кондуктометричного титрування.
10. Аналізований яєчний порошок.

Порядок виконання роботи

Пробу яєчного порошку ($5 \pm 0,0002$) г розтирають у ступці з невеликим об'ємом дистильованої води протягом 3-5 хв, кількісно переносять у мірну колбу і доводять водою до мітки. Колбу закривають пробкою і екстрагують 25-30 хв на апараті для струшування. В комірку для титрування піпеткою переносять 20 см^3 екстракту, доливають 20 см^3 дистильованої води і при безперервному перемішуванні титрують розчином NaOH. Після введення кожної порції титранту записують показання приладу.

Будують криву титрування в координатах: питома електропровідність (або опір) – об'єм розчину NaOH. По злам на графіку знаходять об'єм розчину NaOH в точці стехіометричності.

Кислотність яєчного порошку (К, г) обчислюють за формулою:

$$K = (V_1 \cdot 250 \cdot 100) / (m \cdot V_{\text{екстр.}} \cdot 10)$$

де V_1 - об'єм розчину гідроксиду натрію, витрачений на титрування, мл;

$V_{\text{екстр.}}$ - об'єм екстракту, взятий для титрування, мл;

m – маса проби аналізованого продукту, г;

250 - об'єм мірної колби, мл;

100 - коефіцієнт перерахунку на 100 г продукту;

10 - коефіцієнт перерахунку концентрації розчину гідроксиду натрію з 0,01 моль/л на 0,1 моль/л.

Контрольні питання

- 1) Сутність кондуктометричного методу аналізу.
- 2) Класифікація кондуктометричних методів аналізу.
- 3) Криві кондуктометричного титрування.
- 4) Екстракція. Типи сполук, які екстрагуються.
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення кислотності яєчного порошку?

Лабораторна робота № 11 ВИЗНАЧЕННЯ ЛИМОННОЇ КИСЛОТИ В ПЛОДОВО-ЯГІДНІЙ СИРОВИНІ

Методика заснована на екстрагуванні з плодово-ягідної сировини лимонної кислоти і наступному титруванні водного екстракту розчином гідроксиду натрію.

Мета роботи: визначити вміст лимонної кислоти в плодово-ягідній сировині методом кондуктометричного титрування.

Прилади, посуд і реактиви

1. Гідроксид натрію, 0,1 моль/л розчин.
2. Бюретка місткістю 25 мл.
3. Мірна колба місткістю 500 мл.
4. Конічна колба місткістю 500 мл.
5. Піпетка місткістю 50 мл.
6. Воронка діаметром 5-8 см.

7. Фарфорова чашка діаметром 12 см.
8. Складчастий фільтр.
9. Термостат.
10. Технічні ваги.
11. Установка для кондуктометричного титрування.
12. Аналізована плодово-ягідна сировина (яблуко, вишня, слива, алича).

Порядок виконання роботи

У фарфоровій чашці зважують 50-100 г подрібненої і відокремленої від кісточок аналізованої сировини. Пробу кількісно переносять у мірну колбу. Залишки соку і мезги в чашці ретельно змивають дистильованою водою в колбу, яку поміщають у термостат на 2 год і нагрівають при температурі $(80 \pm 1)^\circ\text{C}$. Потім колбу охолоджують до кімнатної температури, розчин доводять дистильованою водою до мітки, ретельно перемішують і фільтрують.

Піпеткою відбирають 50 мл прозорого фільтрата, поміщають в електролітичну комірку і при безперервному перемішуванні титрують розчином NaOH. Після введення кожної порції титранту записують показання приладу.

Будують криву титрування в координатах: питома електропровідність (або опір) – об'єм розчину NaOH. По зламю на графіці знаходять об'єм розчину NaOH, витрачений на титрування лимонної кислоти.

Зміст лимонної кислоти в аналізованій сировині (ω , % (мас.)) обчислюють за формулою:

$$\omega = \frac{V \cdot V_1 \cdot 0,007 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

де V – об'єм колби, мл;

V_1 – об'єм розчину NaOH, який пішов на титрування, мл;

V_2 – об'єм фільтрата, взятий на титрування, мл;

m – маса проби аналізованої сировини, г;

0,007 – титр розчину NaOH по лимонній кислоті, г/мл.

Контрольні питання

- 1) Пряма кондуктометрія, кондуктометричне титрування: їх можливості та застосування.
- 2) Фактори, що впливають на електричну провідність розчину.
- 3) Визначення точки еквівалентності за даними кондуктометричного титрування.
- 4) Приведіть визначення наступним поняттям: екстракція, екстрагент, екстракт, реекстракція, реекстрагент.
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення лимонної кислоти в плодово-ягідній сировині?

Лабораторна робота № 12 ВИЗНАЧЕННЯ НІТРИТІВ І НІТРАТІВ В М'ЯСНИХ ПРОДУКТАХ

При засолі м'яса традиційно застосовують в невеликих дозах нітрити натрію або калію, які обумовлюють колір, смак і аромат м'ясних виробів, інгібують ріст мікрофлори і утворення токсинів в м'ясопродуктах. У свинячих ковбасах, беконах, окороках вміст нітратів становить 8-40 мг%, нітритів – 1-9 мг%.

Мета роботи: визначити вміст нітритів і нітратів у продуктах м'ясного виробництва (ковбаса, шинка, окіст) методом прямої потенціометрії з застосуванням іоноселективного електрода.

Прилади, посуд і реактиви

1. Іономір І-130.
2. Іоноселективний електрод на NO_3^- іони.
3. Хлорид срібний електрод порівняння.
4. Аналітичні ваги 2-го класу точності.
5. Технічні ваги 3-го класу точності.
6. Хімічні склянки місткістю 50 мл – 5 шт.
7. Мірні колби місткістю 100 мл і 1л – по 1шт.
8. Мірні піпетки місткістю 5, 10 і 50мл – по 1 шт.

9. Мірний циліндр місткістю 100 мл.
10. Конічні колби місткістю 250 мл – 2 шт.
11. Воронка діаметром 9 см.
12. Нітрат калію, $C(KNO_3) = 1$ моль / л (101 г KNO_3 на 1л).
13. Розчин сульфату цинку з масовою часткою 0,45 %.
14. Розчин сульфату калію з молярною концентрацією еквівалента 1,0000 моль/л, $C(K_2SO_4) = 1$ н (87 г K_2SO_4 на 1л).
15. Титрований розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1000 моль/л.
16. Розчин персульфата амонію з масовою часткою 8,0 %.
17. Фільтрувальний папір.

Порядок виконання роботи

Побудова градувального графіка. Масу наважки нітрату калію ($10,1 \pm 0,0002$) г зважують на аналітичних вагах, кількісно переносять у мірну колбу, розчиняють в дистильованій воді, доводять до мітки. Отримують розчин нітрату калію з концентрацією $1,0 \cdot 10^{-1}$ моль/л ($pNO_3^- = 1,0$).

З стандартного розчину методом послідовного розведення готують серію розчинів нітрату калію з концентрацією $1,0 \cdot 10^{-2}$ – $1,0 \cdot 10^{-3}$ – $1,0 \cdot 10^{-4}$ – $1,0 \cdot 10^{-5}$ моль/л; pNO_3^- цих розчинів рівні відповідно 2,0 – 3,0 – 4,0 – 5,0.

В 5 хімічних склянок піпеткою відбирають по 50 мл стандартних розчинів нітрату калію, в кожену склянку додають по 1 мл розчину сульфату калію. По черзі в кожену склянку занурюють електроди і вимірюють ЕРС (Е, мВ).

Перед початком вимірювання електроди слід кілька разів промити дистильованою водою.

Вимірювання виконують, переходячи від розбавлених розчинів до більш концентрованих. За отриманими результатами будують градувальний графік, відкладаючи по осі ординат Е, мВ, по осі абсцис – відповідні значення pNO_3^- .

Пробопідготовка. У конічну колбу поміщають масу наважки подрібненого м'ясопродукту $[(10-20)\pm 0,01]$ г, зважену на технічних вагах. У колбу додають 100 мл теплої (50-60°C) дистильованої води і екстрагують нітрати протягом 30 хв при безперервному перемішуванні. Вміст колби охолоджують під струменем водопровідної води до 20°C і фільтрують у конічну колбу. В отриманому фільтраті осаджують білки, для цього додають 2,5 мл розчину NaOH і 10 мл розчину сульфату цинку. Колбу нагрівають на водяній бані при температурі кипіння протягом 5 хв, охолоджують під струменем водопровідної води до 20 °С, розчин фільтрують через паперовий фільтр. Фільтрат і воду після промивання осаду білків збирають у мірну колбу місткістю 100 мл і доводять до мітки розчином сульфату калію.

Аналіз. У прозорому фільтраті вимірюють ЕРС, за отриманою величиною знаходять за градувальним графіком pNO_3^- і початкову концентрацію нітратів в аналізованому екстракті.

Для визначення нітратів їх окислюють персульфатом натрію до нітритів. До 25 мл фільтрату додають 0,5 мл розчину персульфата амонію, енергійно перемішують і через 5 хв вимірюють ЕРС, за градувальним графіком знаходять концентрацію нітритів після окислення нітритів.

Різниця між сумарним вмістом і початковою концентрацією нітритів дорівнює концентрації нітритів у аналізованому розчині.

Розрахунок. Вміст нітратів (ω_1 , мг %) у м'ясопродуктах знаходять за формулою:

$$\omega_1 = \frac{C(NO_3^-) \cdot M(NO_3^-) \cdot V \cdot 100}{m},$$

де $M(NO_3^-)$ – молярна маса нітратів, г/моль;

$C(NO_2^-)$ – концентрація нітратів до окислення, знайдена за градувальним графіком, моль/л;

V – об'єм фільтрату (місткість мірної колби), мл;

m – маса наважки подрібненого м'ясного продукту, г;

100 – коефіцієнт перерахунку на 100 г продукту.

Вміст нітритів, (ω_2 , мг %) знаходять за формулою:

$$\omega_2 = \frac{(C_1 - C(\text{NO}_2^-)) \cdot M(\text{NO}_2^-) \cdot V \cdot 100}{m},$$

де $M(\text{NO}_2^-)$ – молярна маса нітритів, г/моль;

$C(\text{NO}_2^-)$ – концентрація нітритів до окислення, знайдена за градувальним графіком, моль/л;

C_1 – концентрація нітритів після окислення, знайдена за градувальним графіком, моль/л;

V – об'єм фільтрату (місткість мірної колби), мл;

m – маса наважки подрібненого м'ясного продукту, г;

100 – коефіцієнт перерахунку на 100 г продукту.

Контрольні питання

- 1) Сутність потенціометричного методу аналізу.
- 2) Класифікація потенціометричних методів аналізу.
- 3) Метод прямої потенціометрії, його можливості.
- 4) Приведіть реакцію окиснення нітритів персульфатом натрію.
- 5) Які розрахунки необхідно провести для визначення нітритів і нітратів в м'ясних продуктах?

Перелік питань для підсумкового опитування

1. Класифікація харчових продуктів.
2. Харчова, біологічна і енергетична цінність харчових продуктів.
3. Білки в харчових продуктах. Структура білка.
4. Амінокислоти як основні структурні частини молекул білків.
5. Функції жирів і ліпідів. Жири і ліпіди в продуктах харчування.
6. Жири і ліпіди – основні структурні компоненти клітинних мембран.
7. Тваринні, рослинні та штучні жири.
8. Класифікація вуглеводів за їх будовою, біологічними функціями та харчовою цінністю.
9. Класифікація вітамінів та їх функції в організмі людини.
10. Вода, солі, мікроелементи в продуктах харчування.
11. Модифікатори структури їжі.
12. Речовини, які надають запах та смак їжі.
13. Харчові добавки.
14. Штучні продукти харчування.
15. Пробовідбір та пробопідготовка до аналізу різноманітних об'єктів рослинного і тваринного походження.
16. Розкладання зразків об'єктів харчових продуктів.
17. Зберігання та попередня підготовка харчових продуктів до хіміко-аналітичних досліджень.
18. Порівняльна характеристика методів концентрування та розділення речовин при аналізі харчових продуктів.
19. Застосування хроматографічних методів в аналізі харчових продуктів.
20. Загальні схеми підготовки проб при визначенні високо токсичних речовин у харчових продуктах.
21. Хімічні, фізико-хімічні та фізичні методи аналізу, які найчастіше використовуються при аналізі харчових продуктів.
22. Експрес-методи контролю якості харчових продуктів.
23. Способи маскуваня при виконанні аналізу харчових продуктів; основні маскуючи ліганди та кількісна оцінка маскуваня.

Список рекомендованой литературы

Основна

1. Фармацевтична броматологія : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / В. А. Георгіянц, П. О. Безуглий, Н. В. Попова та ін. – Харків : НФаУ : Золоті сторінки, 2017. – 416 с.
2. Коренман Я. И., Лисицкая Р. П. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов. – Воронеж: гос. технол. акад. Воронеж, 2002. – 408 с.
3. Коренман Я. И. Практикум по аналитической химии. Хроматографические методы анализа. – Воронеж: гос. технол. акад. Воронеж, 2000. – 336 с.
4. Жванко Ю. Н., Панкратова Г. В., Мамедова З. И. Аналитическая химия химический контроль в общественном питании. – М. : Высш. шк., 1989. – 271 с.
5. Основы аналитической химии. В 2-х кн. / Ю. А. Золотов, Е. Н. Дорохова, В. И. Фадеев и др. – М. : Высш. шк., 1999. Кн. 1. – 351 с., Кн. 2. – 494 с.

Додаткова

1. Гурецкий И. Я., Кузнецов В. В., Кузнецова Л. Б., Кучкарев Е. А. и др. Практикум по физико-химическим методам анализа / Под ред. О. М. Петрухина. – М. : Химия, 1987. – 248 с.
2. Алесковский В. Б., Бардин В. В., Бойчинова М. И., Булатов М. И. и др. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство: учебн. пособие для вузов / Под ред. В. Б. Алесковского. – Л. : Химия, 1988. – 376 с.
3. Набиванец Б. И., Мазуренко Е. А. Хроматографический анализ: Пособие для вузов. – Киев : Вища школа, 1979. – 264 с.
4. Кузяков Ю. Я., Семененко К. А., Зоров Н. Б. Методы спектрального анализа : учебн. пособие. – М. : Изд-во МГУ, 1990. – 213 с.
5. Анализ объектов окружающей среды: Инструментальные методы: Пер. с англ. / Под ред. Р. Сониасси. – М. : Мир, 1993. – 80 с.

6. Авцын А. П., Жаворонков А. А. и др. Микроэлементозы человека: этиология, классификация, органопатология. – М. : Медицина, 1991. – 496 с.

Інформаційні ресурси

1. Основні підручники, практикуми та довідники по хімії // <http://chemistry-chemists.com/Uchebniki.html>
2. Електронна бібліотека навчальних матеріалів по хімії // <http://www.chem.msu.su/rus/elibrary/welcome.html>
3. Сайт по експериментальній хімії // <http://chemexperiment.narod.ru>
4. Світ хімії // <http://chem.km.ru/> ; <http://www.chemistry.narod.ru>
5. Електронний підручник з хімії // <http://www.hemi.nsu.ru/>
6. Хімія і не тільки, добірка сайтів // <http://chemister.pp.ru/Links/links.htm>
7. Література з аналітичної хімії // <http://anchem.ru/literature/>;
http://naukaspb.ru/DEMO_an_chim1/GL1.htm; <http://analyt.chem.msu.ru/>;
<http://www.edu.ru/>

Навчальне видання

Чеботарьов Олександр Миколайович

Щербакова Тетяна Михайлівна

Гузенко Олена Михайлівна

Рахлицька Олена Михайлівна

Броматологія

Методичні вказівки до курсу
«Аналітична хімія докільця з основами броматології»
для студентів факультету хімії та фармації
першого (бакалаврського) рівня освіти

В авторській редакції

Підп. до друку 09.06.2020. Формат 60x84/16

Ум.-друк. арк. 2,44. Тираж 20 пр.пр.

Зам. № 2083.

Видавець і виготовлювач
Одеський національний університет
імені І. І. Мечникова

Україна, 65082, м. Одеса, вул. Єлісаветинська, 12

Тел.: (048) 723 28 39. E-mail: druk@onu.edu.ua

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4215 від 22.11.2011 р. Р 51