

**ЗАКЛАД ВИЩОЇ ОСВІТИ “ПОДІЛЬСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ”
КАФЕДРА ХІМІЇ**

ХАРЧОВА ХІМІЯ

**Методичні рекомендації
до виконання лабораторних робіт**

для здобувачів спеціальності 181 “Харчові технології”
першого (бакалаврського) рівня вищої освіти

м. Кам’янець-Подільський

ЗВО “ПДУ”

2023

Укладачі:

КРАЧАН Тетяна Михайлівна	в. о. завідувача кафедри хімії, кандидат хімічних наук
ЯМБОРАК Раїса Семенівна	доцент кафедри хімії, кандидат географічних наук, доцент
ТРОФІМОВА Лілія Станславівна	асистент кафедри хімії, магістр хімії
ТЕРЕЩЕНКО Світлана Вікторівна	асистент кафедри хімії

*Рекомендовано до видання науково-методичною радою Закладу вищої освіти “Подільський державний університет”
(протокол № 4 від 24 травня 2023 року).*

Рецензенти:

ФЕДОРЧУК Іван Вікторович	доцент кафедри екології Кам'янець-Подільського національного університету імені Івана Огієнка, канд. біол. наук, доцент
ПРИЛПКО Тетяна Миколаївна	завідувач кафедри харчових технологій виробництва й стандартизації харчової продукції Закладу вищої освіти “Подільський державний університет”, доктор с.-г. наук, професор

Харчова хімія : Методичні рекомендації для виконання лабораторних занять (для здобувачів спеціальності 181 “Харчові технології” першого (бакалаврського) рівня вищої освіти) / **Т.М. Крачан, Р.С. Ямборак, Л.С. Трофімова, С.В. Терещенко.** Кам'янець-Подільський : ЗВО “ПДУ”, 2023. – 133 с.

Методичні рекомендації призначено для підготовки до виконання лабораторних робіт з дисципліни "Харчова хімія" здобувачів освітнього ступеня “ бакалавр” спеціальності 181 “Харчові технології”.

□ Тетяна Михайлівна КРАЧАН, 2023

□ ЗВО “ПДУ”, 2023

ЗМІСТ

ПЕРЕДМОВА.....	6
Заходи безпеки у лабораторії хімії.....	8
Лабораторна робота №1	9
ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ ЗАДАНОГО СКЛАДУ	9
Лабораторна робота №2	11
РЕАКЦІЯ РОЗЧИНІВ ТА МЕТОДИ ЇЇ ВИЗНАЧЕННЯ.....	11
Лабораторна робота №3	16
БУФЕРНІ РОЗЧИНИ	16
Лабораторна робота №4	19
ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ВОЛОГИ В ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ.	19
Лабораторна робота №5	26
ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ КАТІОНІВ ТА АНІОНІВ	26
Лабораторна робота № 6	51
ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ВОДИ.....	51
Лабораторна робота № 7	58
ФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ У ВОДІ	58
Лабораторна робота № 8	63
ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ НІТРАТІВ	63
Лабораторна робота № 9	69
МЕТОДИ ДОБУВАННЯ ТА ОЧИЩЕННЯ КОЛОЇДНИХ РОЗЧИНІВ	70
Лабораторна робота №10	73
КОАГУЛЯЦІЯ ТА ЇЇ ВИДИ	73
Лабораторна робота №11	74

ФОТОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ШКІДЛИВИХ.....	74
ДОМШОК В ГОРІЛКАХ.....	74
Лабораторна робота №12	78
ВИЗНАЧЕННЯ ФЕНОЛУ В КОВБАСАХ.....	78
Лабораторна робота №13	80
ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ТИТРОВАНИХ КИСЛОТ В ВИНАХ ТА	80
ВИНОМАТЕРІАЛАХ.....	80
Лабораторна робота № 14	82
ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ В СОКАХ.....	82
Лабораторна робота № 15	83
ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ МОЛОКА МЕТОДОМ ПРОТОЛІТОМЕТРІЇ	83
Лабораторна робота № 16	85
ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ МОЛОКА МЕТОДОМ ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ.....	85
Лабораторна робота №17	86
ВУГЛЕВОДИ.....	86
Лабораторна робота № 18	99
ВИЗНАЧЕННЯ ЛАКТОЗИ В МОЛОЦІ МЕТОДОМ РЕФРАКТОМЕТРІЇ	99
Лабораторна робота № 19	101
ВИЗНАЧЕННЯ КРОХМАЛЮ В КОНДИТЕРСЬКИХ ВИРОБАХ	101
Лабораторна робота № 20	103
БІЛКОВІ РЕЧОВИНИ	103
Лабораторна робота № 21	112
ВИЗНАЧЕННЯ БІЛКІВ У МОЛОЦІ	112

Лабораторна робота № 22	113
ВИЗНАЧЕННЯ БІЛКІВ У МОЛОЦІ МЕТОДОМ РЕФРАКТОМЕТРІЇ	113
Лабораторна робота №23	114
ЛІПІДИ.....	114
Лабораторна робота № 24	121
ВИЗНАЧЕННЯ ЖИРУ В ВЕРШКОВОМУ МАСЛІ	121
Лабораторна робота №25	123
ПОВЕРХНЕВІ ЯВИЩА ТА АДСОРБЦІЯ	123
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	132

ПЕРЕДМОВА

Харчова хімія є комплексною навчальною дисципліною, що базується на теоретичні основи загальної, неорганічної, біонеорганічної, аналітичної, фізичної, колоїдної, біоорганічної, радіаційної хімії, вивчає та встановлює склад, будову, властивості хімічних компонентів харчових продуктів та процеси, що з ними пов'язані. Дисципліна спрямована на цільову фундаментальну та професійно орієнтовану підготовку з хімії, в якій значну увагу приділено типовим природним та штучним хімічним процесам, що відбуваються в продуктах харчування.

Однією із форм аудиторних занять є лабораторні роботи, які для студентів денної форми навчання проводяться протягом семестру, а для заочної форми навчання – в період установчої сесії. Лабораторний практикум, запропонований у методичній розробці, покликаний навчити здобувачів практичних прийомів та навиків проведення аналізу за допомогою інструментальних методів. Крім того, запропоновано перелік завдань для опрацювання під час проведення лабораторного.

Унаслідок виконання лабораторного практикуму здобувачі мають опанувати наступні компетентності: використання лабораторного обладнання та посуду; виконання певних лабораторних прийомів; проведення відповідних математичних розрахунків та статистичної обробки одержаних результатів; приготування розчинів різних концентрацій та робота із ними; підготовка проби до аналізу залежно від її походження; виявлення речовин в продуктах харчування за допомогою якісних реакцій; опанування методами ідентифікації речовин, використання довідкової літератури.

В процесі виконання експерименту відбувається розвиток самостійності, спостережливості студентів, наполегливості у роботі і взаємодопомоги. Здобувач вчиться не лише спостерігати, а й виділяти основну частину, обґрунтовувати побачене. Експеримент не лише збагачує новими вміннями і навиками, а й сприяє глибшому розумінню вивченого матеріалу.

Чільне місце в ході виконання дослідів займають висновки до кожного досліді і до лабораторної роботи в цілому. Важливо навчитись проводити аналіз

роботи, точно формулювати власні думки, оперувати хімічними термінами і узагальнювати результати.

Лабораторні заняття дають змогу здобувачу ознайомитись із різноманітними методами досліджень в харчовій хімії, а також переконатись у тому, як на властивостях та поведінці реальних речовин виявляються теоретичні положення хімії як науки.

Після закінчення лабораторної роботи здобувачі складають письмовий звіт із відповідними спостереженнями та висновками. Лабораторний практикум вважається виконаним, якщо студент відпрацював всі лабораторні роботи, зробив звіт по них в лабораторному журналі та захистив їх в присутності викладача.

Заходи безпеки у лабораторії хімії

1. Заборонено працювати у лабораторії одному. Обов'язкова присутність іншої особи, щоб у разі нещасного випадку надати допомогу.
2. Перебуваючи у хімічній лабораторії, потрібно суворо дотримуватися загальних правил поведінки, бо їхнє порушення може призвести до нещасного випадку.
3. Працювати необхідно в спеціальному одязі (халаті) і лише на своєму робочому місці.
4. Під час виконання лабораторної роботи дотримуватися всіх вказівок в описі досліду щодо об'єму розчину, його температури, послідовності виконання. Заборонено виконувати досліди, які не передбачені планом заняття.
5. У разі визначення запаху не підносити пробірки чи склянки близько до себе, а тримати їх обабіч і лише рухом долоні спрямовувати потік повітря в напрямі до обличчя.
6. Працювати з концентрованими кислотами чи лугами слід обережно, щоб вони не потрапили на шкіру, в очі.
7. Для розведення концентрованих кислот, особливо сульфатної, їх необхідно доливати у воду тонким струменем, перемішуючи, а не навпаки, щоб уникнути розбризкування або навіть вибуху.
8. З метою відбору концентрованих кислот чи лугів користуватися піпеткою із гумовим балончиком.
9. У разі запалювання газового пальника потрібно перевірити, чи відповідає йому кран, потім запалити сірник і лише після цього відкривати кран та підносити запалений сірник збоку до пальника.
10. У випадку нагрівання розчинів на полум'ї пальника не спрямовувати відкритий край пробірки на сторонніх або на себе, тому що її вміст може бризнути й обпалити шкіру чи одяг.
11. Усі досліди із отруйними і горючими речовинами (естери, галогени, концентровані кислоти) виконувати тільки у витяжній шафі з увімкненою вентиляцією.
12. Категорично заборонено куштувати реактиви на смак.
13. Заборонено приносити в лабораторію продукти харчування, курити, а також голосно розмовляти.
14. Перш ніж виходити із лабораторії, необхідно вимити руки.
15. У всіх випадках отримання травм, опіків, отруєння негайно повідомити викладача для одержання першої допомоги.

Лабораторна робота №1

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ ЗАДАНОГО СКЛАДУ

Дослід 1. Приготування розчинів заданої масової частки із більш концентрованого розчину

Порядок виконання:

1. Визначити ареометром густину вихідного розчину.
2. За допомогою табл.1 знайти масову частку речовини у вихідному розчині.
3. Розрахувати масу вихідного розчину і води в грамах, які необхідні для приготування розчину заданої масової частки.
4. Знайти об'єм вихідного розчину.
5. Відміряти мірним циліндром об'єм води і вилити в колбу.
6. Відміряти мірним циліндром розрахований об'єм вихідного розчину, вилити в колбу з водою і перемішати.
7. Визначити ареометром густину одержаного розчину.
8. З таблиці знайти його можливу масову частку і порівняти із заданою.
9. Визначити точність виконання дослідів. Обрахувати абсолютну і відносну похибку проведення експерименту.

Абсолютна похибка:

$$\Delta = x_i - x_c,$$

де x_i – результат виміру, x_c – справжній результат виміру.

Відносна похибка:

$$\delta = \frac{\Delta}{x_c} \cdot 100\%;$$

Дослід 2. Приготування 0,1 н розчину солі з наважки твердої речовини

Порядок виконання:

1. Розрахувати масу твердої речовини, необхідної для приготування x мл розчину заданої концентрації солі за формулою:

$$m = \frac{C_{ек} \cdot E_i \cdot V(\text{розчину})}{1000}$$

де $C_{ек}$ – молярна концентрація еквівалента (нормальність); V – об'єм розчину, який готують, мл; E_i - еквівалентна маса речовини, яку розчиняють.

2. Зважити необхідну кількість речовини на годинниковому склі, на аналітичних вагах.

3. У мірну колбу на V мл вставити лійку і всипати наважку речовини. Невеликою кількістю дистильованої води змити речовину з годинникового скла над лійкою в колбу. Поступово, додаючи воду, домогтися повного розчинення речовини і довести рівень розчину до позначки. Останні порції води треба додавати краплями з піпетки. *Рівень рідини визначають за нижнім рівнем меніска.*

4. Щільно закрити колбу і перемішати розчин.

5. Після приготування розчину необхідно виміряти за допомогою ареометра його густину. З таблиці знайти його можливу масову частку. Розрахувати за формулою молярну концентрацію еквівалента NaCl:

$$C_{ек} = (10 \cdot \omega\% \cdot \rho) / E,$$

де E – еквівалентна маса солі.

6. Визначити точність виконання дослідів.

Тестові завдання для самоконтролю

1. Нормальність розчину натрій гідроксиду, який містить 3,9г NaOH в 1л складає:

а) 0,05;

б) 0,09;

в) 1;

г) 1,5.

2. В 2,5л 0,1н. розчину хлоридної кислоти маса HCl складає (в г):

а) 2,35;

б) 6,185;

в) 9,125;

г) 12,730.

3. Щоб приготувати приблизно 0,1н. розчин їдкою натру об'ємом 500мл із 10% розчину лугу густиною 1,115 г/мл, необхідно відміряти (в мл) ... лугу і довести визначений об'єм водою до 500мл:

- а) 10;
- б) 17;
- в) 20;
- г) 22.

4. Щоб приготувати приблизно 0,1н. розчин H_2SO_4 об'ємом 500 мл із концентрованої кислоти густиною 1,84 г/мл, необхідно відміряти (в мл) ... концентрованої кислоти і довести об'єм водою до 500мл:

- а) 0,55;
- б) 1,39;
- в) 2,25;
- г) 3,4.

5. Наважку Na_2CO_3 масою 0,5312 г розчинили в мірній колбі об'ємом 100 мл. Титр добутого розчину рівний (в г/мл):

- а) 0,005312;
- б) 0,005434;
- в) 0,006128;
- г) 0,006881.

Лабораторна робота №2

РЕАКЦІЯ РОЗЧИНІВ ТА МЕТОДИ ЇЇ ВИЗНАЧЕННЯ

Загальна кислотність показує загальну кількість кислореагуючих речовин, які знаходяться в розчині, вона виражається кількістю мілілітрів 0,1 н розчину натрій гідроксиду, що йде на нейтралізацію 100 мл досліджуваного розчину. Загальна кислотність не залежить від ступеня дисоціації кислоти, тому еквімолярні розчини сильних і слабких кислот мають однакову загальну кислотність. Визначають загальну кислотність шляхом *титрування*.

Активна кислотність розчинів обумовлюється наявністю вільних йонів Гідрогену. Активна кислотність залежить від ступеня дисоціації кислот або інших кислореагуючих речовин, які знаходяться в розчині, і характеризується величиною рН.

Концентрація йонів Гідрогену, виражена в г · йон/л, називається **водневим числом $[H^+]$** . Грам-йон - це вагова кількість йонів даного виду, виражена в грамах.

Концентрація гідроксильних йонів, виражена в г · йон/л, називається **гідроксильним числом $[OH^-]$** . Добуток концентрації йонів Гідрогену та гідроксильних йонів є величина постійна і називається **йонним добутком води**:

$$K_{H_2O} = [H^+] \cdot [OH^-].$$

Для зручності визначення активної кислотності користуються не водневим числом, а водневим показником (запропонував Серенсен).

Водневий показник (рН) - це від'ємний десятковий логарифм концентрації йонів Гідрогену:

$$pH = -\lg[H^+].$$

Для води рН = 7, оскільки в одному літрі її при кімнатній температурі (22°C) дисоціації піддається лише 0,0000001 моля, тобто і гідроксильне, і водневе число води буде 10^{-7} г · йон/л.

Реакція середовища розчинів позначається:

Значення рН	Реакція середовища
1-2	сильно кисла
3-4	кисла
5-6	слабо кисла
7	нейтральна
8-9	слабо лужна
10-12	лужна
13-14	сильно лужна

Для біологічних процесів в першу чергу має значення активна кислотність середовища, в якому протікають певні біохімічні процеси (наприклад, вміст клітинної протоплазми).

Активна кислотність визначається двома методами - *колориметричним і потенціометричним (електрометричним)*.

Колориметричний метод визначення активної кислотності - за допомогою індикаторів. **Індикатори** - це речовини, які змінюють своє забарвлення в залежності від реакції (рН) середовища. За своєю хімічною будовою індикатори - це розчини слабких кислот або лугів.

Область між двома значеннями рН, в межах якої проходить помітна для ока зміна забарвлення індикатора, називається зоною переходу забарвлення індикатора. Точкою переходу називають таке значення рН розчину, при якому половина молекул індикатора знаходиться в дисоційованому стані.

Щоб визначити рН розчину, потрібно підібрати необхідний для цього індикатор, зона переходу забарвлення якого знаходиться в межах значення рН досліджуваного розчину. Для цього значення рН досліджуваного розчину попередньо визначається приблизно за допомогою універсального індикатора. Універсальний індикатор – це суміш декількох індикаторів, завдяки яким в залежності від рН розчину він може приймати характерне забарвлення, за яким приблизно можна визначити рН розчину.

В основу електрометричного (потенціометричного) методу визначення рН покладено вимірювання електрорушійних сил гальванічних елементів, виготовлених із досліджуваних рідин і спеціальних електродів. При цьому обов'язковою умовою для електродів гальванічного елементу є можливість протікання окисно-відновних реакцій на їх поверхні, внаслідок чого виникає електричний струм.

При визначенні електродних потенціалів або концентрації йонів Гідрогену в розчині користуються стандартними електродами з відомою величиною електродного потенціалу. В ролі таких електродів-еталонів застосовують водневий, каломельний, хінгідронний або скляний електроди.

Порядок виконання роботи

Дослід 1. Визначення загальної кислотності розчинів

В колбочку наливають піпеткою 10 мл 0,1 н розчину HCl, додають дві краплі індикатора фенолфталеїну і титрують з бюретки 0,1 н розчином NaOH до появи рожевого забарвлення. Аналогічно визначають загальну кислотність 0,1 н розчину CH₃COOH. Розрахунок проводять за формулою: $X = V \cdot 100 / V_1$,

де X - загальна кислотність (к-сть мл 0,1 н розчину NaOH, що пішло на титрування 100 мл досліджуваного розчину);

V - кількість мл 0,1 н розчину NaOH, що пішло на титрування;

V₁ - кількість мл досліджуваного розчину.

Дослід 2. Визначення активної кислотності розчинів

За допомогою універсального індикаторного паперу визначають рН водних розчинів кислот і лугів. Колір індикаторного паперу порівнюють з кольоровою шкалою, визначаючи при цьому рН досліджуваної рідини з точністю до 0,5. Результати дослідження заносять в таблицю, де, крім рН, вираховують водневе і гідроксильне число.

Водневе, гідроксильне числа і водневий показник розчинів

№	Досліджуваний розчин	Значення рН	[H ⁺], г · йон/л	[OH ⁻], г · йон/л	Реакція середовища

Дослід 2. Визначення активної кислотності розчинів за допомогою рН-метра

Загальні вимоги при роботі з рН-метром:

1. Перед кожним зануренням електродів в контрольний розчин їх необхідно старанно промивати дистильованою водою і висушити фільтрувальним папером.

2. При вимірюванні рН розчинів необхідно застосувати автоматичну температурну компенсацію, або при кожному вимірюванні встановлювати ручку коректора на температуру контрольного розчину.

3. Відлік величини рН по шкалі приладу необхідно проводити після того, як стрілка займе стале положення (0,5-1 хвилина).

4. При використанні автоматичної температурної компенсації глибина занурення компенсатора в досліджуваній розчин повинна бути не менше 30-40 мм, а відлік показників проводиться не раніше, ніж через 1-2 хвилини після занурення електродів та термокомпенсатора в розчин.

5. При експлуатації приладу не можна допускати висихання скляного електроду, оскільки це може призвести до зміни його характеристики. Після закінчення роботи електрод необхідно занурити у воду.

Досліджуваній розчин наливають в стаканчик і занурюють в нього попередньо промиті в дистильованій воді та висушені фільтрувальним папером електроди. Для того, щоб занурити електроди в розчин, необхідно:

- а) лівою рукою відвести столик вліво на 90° ;
- б) взяти стаканчик з розчином в праву руку і підставити його під електроди;
- в) лівою рукою підвести столик під стаканчик.

Вимірювання спочатку ведуть в межах від 2 до 14 (похибка), а потім – в більш вузьких діапазонах. Одержані дані про рН досліджуваного розчину, визначені за допомогою потенціометра, порівняти з даними, одержаними при дослідженні цього ж розчину колориметричним методом.

Контрольні питання і завдання для самостійної роботи

1. Що таке загальна кислотність розчинів, чим вона обумовлюється?
2. Як визначається загальна кислотність розчинів?
3. Що таке водневе і гідроксильне числа, як вони позначаються?
4. Йонний добуток води. Формула йонного добутку води.
5. Що таке водневий показник? Формула для визначення водневого показника.
6. Які речовини називаються індикаторами, їх хімічна будова.
7. Зона і точка переходу забарвлення індикатора.

8. Методи визначення водневого показника.
9. Загальні правила при роботі з рН-метром.
10. Дисоціація води. Константа дисоціації води.

Лабораторна робота №3

БУФЕРНІ РОЗЧИНИ

Буферними розчинами називаються такі розчини, які здатні стійко підтримувати своє рН при додаванні до них невеликої кількості кислоти або лугу, або при розведенні. Таку властивість розчини набувають завдяки наявності в їх складі буферних речовин, роль яких можуть виконувати суміші, що складаються:

1) з слабких кислот і сильнодисоціюючих солей цих кислот (ацетатний буфер - ацетатна кислота/натрій ацетат, гідрокарбонатний буфер - карбонатна кислота/натрій гідрокарбонат);

2) з слабких основ і сильнодисоціюючих солей цих основ (амонійний буфер – амоній гідроксид/амоній хлорид);

3) з однозаміщених і двозаміщених солей багатоосновних кислот (фосфатний буфер - натрій дигідрогенфосфат/натрій гідрогенфосфат).

4) буферна дія характерна також для амфотерних електролітів (амінокислот, білків).

рН буферних розчинів залежить від співвідношення в них кислоти і солі і при даному співвідношенні завжди буде однаковим. Розведення буферних розчинів не супроводжується зміною їх рН, так як в цьому випадку співвідношення компонентів, які складають буферну систему, буде постійним.

Кожний буферний розчин характеризується певною буферною ємністю.

Буферна ємність - міра сили буферної дії розчину і виражається кількістю грам-еквівалентів кислоти або лугу, які необхідно додати до 1 л буферного розчину, щоб змістити його рН на одиницю.

Буферна ємність розчинів залежить від їх абсолютної концентрації і з розведенням зменшується прямо пропорційно ступеню розведення.

II. Експериментальна частина

Дослід 1. Спостереження явища буферності

Беруть три пробірки і наливають в них по 2 мл води. В кожну з них додають по дві краплі універсального індикатора, перемішують і визначають рН. Потім в першу пробірку доливають 1 мл 0,01 н розчину НСІ, в другу - 1 мл 0,01 н розчину NaOH, в третю - 1 мл води. Перемішують і знову визначають рН. Вираховують, на скільки одиниць змінилось рН і пояснюють причину.

Зміна рН на протязі дослідю

№	рН на початку дослідю	рН в кінці дослідю	Зміна рН	Реакція середовища

Беруть три пробірки і наливають по 2 мл ацетатної буферної суміші і за універсальним індикатором визначають в них рН розчину. Потім в першу пробірку доливають 1 мл 0,01 н розчину НСІ, в другу - 1 мл 0,01 н розчину NaOH, в третю - 1 мл води, перемішують вміст пробірок і визначають рН. Пояснюють механізм дії ацетатної буферної суміші.

Дослід 2. Вплив розведення на рН буферного розчину

В одну пробірку наливають 6 мл, в другу 3 мл, в третю 2 мл ацетатного буферного розчину із значенням рН 5. В другу пробірку добавляють 3 мл, а в третю 4 мл дистильованої води. В усі пробірки добавляють по 3 краплі розчину індикатора метилового червоного і перемішують. Спостерігають забарвлення розчинів в пробірках.

Дослід 3. Визначення буферної ємності біологічних рідин

За допомогою універсального індикатора спочатку в скляних стаканчиках наближено визначають рН досліджуваних рідин, щоб переконатися, що всі вони мають практично нейтральну реакцію, тобто їх рН знаходиться в межах біля 7.

Відмірюють в окремі пробірки по 5 мл досліджуваних рідин, до кожної додають по 2-3 краплі фенолфталеїну і титрують з бюретки лугом, рахуючи краплі,

до появи рожевого забарвлення. Результати записують в зошит. Після цього ще раз відмірюють по 5 мл досліджуваних рідин в окремі пробірки, додають до кожної по 2-3 краплі конго червоного і титрують з бюретки хлоридною кислотою, рахуючи краплі, до переходу червоного забарвлення в синє. Результати записують в зошит. Для одержання абсолютних даних про буферну ємність біологічних рідин ведуть точний підрахунок кількості кислоти або лугу, які пішли на титрування до зміщення рН досліджуваної рідини на одиницю (контроль ведуть за допомогою потенціометра). На основі одержаних даних розраховують буферну ємність рідини за формулою:

$$C=N \cdot a \cdot 1000 / (pH_1 - pH_0) \cdot b,$$

де: С - буферна ємність;

N - нормальність кислоти (лугу);

a - кількість кислоти (лугу), що йде на титрування проби;

b - кількість досліджуваної рідини, взятої для титрування;

pH₀ - водневий показник досліджуваної рідини до титрування;

pH₁ - водневий показник досліджуваної рідини в кінці титрування.

Дослід 4. Визначення резервної лужності сироватки крові за методом

А.В.Неводова

В хімічні стакани наливають по 10 мл 0,01н розчину HCL і по 0,2 мл сироватки крові. Вміст стаканчика титрують 0,1 н розчином NaOH до помутніння і випадіння пластівців.

Ставлять контроль, для чого 10 мл 0,01 н розчину HCl без сироватки крові після додавання 2-3 крапель 1% розчину фенолфталеїну відтитровують 0,1 н розчином NaOH до появи слабо-рожевого забарвлення, що не зникає.

Розрахунок: Від кількості мл 0,1 н розчину NaOH, який пішов на титрування контрольної проби без сироватки крові, віднімають кількість мл, які пішли на титрування проби із сироваткою крові, і множать на 2000. Одержуємо величину, яку шукаємо, в мг%.

Наприклад: 1,0 мл - 0,75 мл = 0,25 мл.

$$0,25 \text{ мл} \cdot 2000 = 500 \text{ мг\%}.$$

Показники кислотної ємності крові для ВРХ 460-580 мг%, овець – 500-600, свиней – 460-520, коней – 500-600, собак – 450-550 мг%.

Контрольні питання і завдання для самостійної роботи

1. Які розчини називаються буферними?
2. З чого складаються буферні розчини?
3. Як впливає розведення буферних розчинів на їх рН?
4. Механізм дії буферних розчинів.
5. Буферна ємність буферних розчинів.
6. Дисоціація буферних розчинів (на прикладі ацетатної буферної суміші).
7. Властивості буферних розчинів.
8. Визначення рН буферним методом.
9. Буферні системи крові тварин, їх значення.
10. Вирахуйте рН буферного розчину, який складається з 5 мл CH_3COOH і 20 мл CH_3COONa однакової концентрації. Константа електrolітичної дисоціації CH_3COOH дорівнює $1,85 \cdot 10^{-5}$.

Лабораторна робота №4

ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ВОЛОГИ В ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ.

Мета: Ознайомитись з методами визначення вмісту вологи у харчових продуктах: висушуванням до постійної маси, прискореним та експресним методами.

Вміст вологи у матеріалі характеризується показником *масової частки вологи* (W) – відношення маси вологи до маси наважки продукту, виражене у відсотках.

Показник масової частки вологи є важливим для оцінки якості сировини, напівфабрикатів та готових виробів. Кількість вологи в продукті зумовлює консистенцію і структуру, визначає його енергетичну цінність (чим більше в

ньому міститься води, тим менше корисних сухих речовин (білка, жиру, вуглеводів тощо) в одиниці маси). З вмістом води тісно пов'язані стійкість продукту під час зберігання, його транспортабельність та придатність до подальшої переробки. Адже надлишок вологи сприяє перебігу ферментативних та хімічних реакцій, активує діяльність мікроорганізмів, в тому числі тих, які викликають псування продуктів, зокрема пліснявіння. У зв'язку з цим вміст вологи у харчових продуктах зумовлює умови та терміни їх зберігання.

Вміст вологи у готових виробів впливає на вихід продукції. Зі збільшенням кількості вологи вихід виробів зростає. Особливо цей фактор необхідно враховувати на хлібопекарських підприємствах, тому що збільшення масової частки вологи борошна на 1 % знижує вихід хліба на 1,5...2 %, а підвищення вологості м'якушки хліба на 1 % призводить до підвищення його виходу на 2...3 %. Враховуючи важливість цього показника, відповідні ГОСТи та ТУ встановлюють норми вмісту вологи, а також методи її визначення, що робить обов'язковим знаходження цього показника під час контролю якості сировини та готових виробів.

Для визначення масової частки вологи існують прямі та непрямі методи. До **прямих методів** відноситься: *відгонка* (дистиляція) води з наважки із застосуванням висококиплячих органічних рідин (мінеральне масло, ксилен тощо) з наступним визначенням об'єму перегнаної води та *хімічні методи*, в основі яких лежить взаємодія води з яким-небудь реагентом. Ці методи доцільно використовувати для визначення масової частки вологи в харчових продуктах, які містять багато жиру, легколетких речовин, вуглеводів, здатних до карамелізації (*наприклад*, прянощі, риба копчена і солонина, морські водорості, сухофрукти).

Прямі методи, як правило, потребують великих затрат часу та праці, непридатні для оперативного контролю. Тому використовують непрямі методи, які дозволяють швидко отримувати інформацію про масову частку вологи у матеріалі та автоматизувати процес вимірювання масової частки вологи. До **непрямих методів** відносяться: *гравіметричні* (методи висушування), *фізичні*

(визначення масової частки сухих речовин за величиною відносної густини чи рефрактометрично), *електричні*, в яких про масову частку вологи визначають за електропровідністю чи електричною проникністю.

Гравіметричний метод аналізу ґрунтується на переведенні визначуваної речовини у важкорозчинну сполуку, яку відділяють, зважують та за її масою обчислюють вміст шуканого інгредієнта (елемента, речовини). Іноді замість осаду одержують летку речовину і після її повного видалення визначають зменшення маси.

Схема гравіметричного аналізу така: розчиняють наважку, діють 1,5-2,0-разовим надлишком осаджувача та одержують важкорозчинну сполуку (осаджувана форма). Осад відфільтровують, очищують промиванням (іноді перегристалізують), висушують або прожарюють для одержання хімічно стійкої речовини сталого складу (гравіметрична форма).

Під час обчислень у гравіметричних методах часто використовують фактор перерахунку або гравіметричний множник (F), який являє собою відношення відносної атомної маси (Ar) або відносної молекулярної маси (Mr) визначуваної речовини (маси інгредієнта) до відносної молекулярної маси речовини, що знаходиться в осаді:

$$F = \frac{\text{Ar (або Mr) визначуваної речовини}}{\text{Mr речовини, що знаходиться в осаді}}$$

Фактор перерахунку показує, скільки грамів визначуваної речовини міститься в 1 г осаду.

Визначувана речовина	Вагова форма	Фактор перерахунку
Ba	BaSO ₄	Ar (Ba) / Mr (BaSO ₄)
Fe	Fe ₂ O ₃	2Ar (Fe) / Mr (Fe ₂ O ₃)

Щоб обчислити вміст елемента в складній речовині використовують формулу:

$$\% = (m \cdot F / G) \cdot 100,$$

де:

m – маса одержаного осаду;

F - фактор перерахунку;

G - наважка досліджуваної речовини.

Найпоширенішим серед непрямих методів є **метод визначення масової частки вологи за сухим залишком**, тобто коли кількість вологи встановлюють за різницею у масі наважки до та після сушіння.

Гравіметричний метод визначення масової частки вологи базується на вимірюванні втрати маси продукту або речовини після висушування при певній температурі. При цьому стверджують, що частка втраченої маси відповідає масі води в даному харчовому концентраті. Існує два основних методи визначення масової частки вологи висушуванням: **висушування до постійної маси** за температури 100...105 °С та **прискорене висушування** за підвищених температур (130...160 °С). Перший метод дає найбільш точні результати, оскільки сушіння відбувається необмежений час, на відміну від прискореного способу, а до повного видалення вологи. Однак він досить тривалий та трудомісткий, тому під час контролю виробництва використовують ряд прискорених методів. Недоліком методів визначення вологи термічним способом є те, що дуже важко видалити всю воду з харчового продукту, особливо колоїдно-зв'язану.

Прилади, обладнання, матеріали: сушильна шафа з терморегулятором, ваги лабораторні з похибкою зважування $\pm 0,01\text{г}$, аналітичні ваги, скляні палички, бюкси алюмінієві, ексікатор, лопатка або шпатель, годинник, зразок продукту за вибором студентів (хліб, печиво).

Порядок виконання:

Дослід 1. Визначення вологи висушуванням до постійної маси

Визначення вологості продуктів, в рецептуру яких входить цукор, проводять з додаванням піску, який очищають завчасно. А для тих, які не містять цукру, допускається визначати без додавання піску.

Методика виконання роботи

1. Приготувати наважку для висушування.
2. Провести відповідні розрахунки.

Приготування наважки

Чистий порожній бюкс зі скляною паличкою та з 5-10 г піску висушують разом з кришкою (у відкритому вигляді) при 100-105 °С в сушильній шафі до постійної маси. Відважують в бюкс 5,000 ± 0,001 г аналітичної проби харчового матеріалу, обережно перемішують з піском та ставлять у відкритому вигляді з кришкою в сушильну шафу на 4 год при температурі 103 ± 2°С. Кожне повторне зважування проводять через 1 год., а під кінець аналізу – через кожних 30 хв. Під час зважування бюкси з наважкою кришка повинна бути закрита, висушують об'єкт з відкритою кришкою.

Масу досліджуваної наважки, що висушують, вважають постійною тоді, коли різниця між двома останніми зважуваннями не перевищує 0,001 г. За кінцевий результат приймають середнє арифметичне 2...3-х паралельних визначень. Розбіжність між паралельними визначеннями за цим методом повинна бути в межах 1 %. Розрахунки здійснюють з точністю до 0,01 %. Після висушування бюкс обережно виймають, закривають кришкою, охолоджують в ексікаторі протягом 20-30 хв та зважують.

Опрацювання результатів

Масову частку вологи (в %) знаходять за формулою:

$$x = \frac{(m_1 - m_2)}{m} 100\%$$

де m_1 – маса бюкса з наважкою до висушування, г;

m_2 – маса бюкса з наважкою після висушування, г;

m – маса наважки дослідного концентрату, г.

Результатом аналізу є середнє арифметичне двох паралельних визначень, відхилення між якими не повинно перевищувати 0,5%.

Дослід 2. Визначення вологи методом пришвидшеного (разового) висушування

Для пришвидшення процесу висушування для деяких харчових продуктів встановлюють фіксований час висушування, протягом якого видаляється основна маса вологи, а подальше висушування веде лише до незначного зменшення маси. На результати аналізу впливають: коливання температури, тривалість сушіння, конструктивні особливості сушильної шафи, розміри та форма бюкси тощо.

Прискореними методами визначають масову частку вологи в зерні, крохмалі, макаронних виробах тощо. Для кожного продукту залежно від фізико-хімічних властивостей підібрані свої температура висушування та тривалість процесу. Частіше тривалість висушування складає 50 хв. Застосування прискореного методу сушіння до об'єктів з підвищеною вологістю дає занижені результати через недосушування продукту (наприклад для хліба).

Методика виконання роботи

1. Приготувати наважку для висушування.
2. Провести відповідні розрахунки. Дані розрахунків занести в таблицю та порівняти їх зі стандартними.
3. Зробити висновок про відповідність масової частки вологи в продукті вимогам стандарту.

Приготування наважки

В бюкс, попередньо висушений до постійної маси та зважений (з піском чи без піску в залежності від виду продукту), поміщають $5,00 \pm 0,01$ г аналітичної проби. Відкритий бюкс з наважкою поміщають разом з кришкою в сушильну шафу, попередньо нагріту до температури $143 \pm 2^\circ\text{C}$. Температуру в шафі після поміщення бюкса протягом 10 хв доводять до 130°C і цей момент вважають початком сушіння. Тривалість сушіння при $130 \pm 2^\circ\text{C}$: для молочних концентратів та концентратів дитячого харчування – 40хв, для інших – 45хв. Після закінчення висушування бюкс закривають кришкою, охолоджують в ексикаторі та зважують з похибкою $\pm 0,01$ г.

Масову частку вологи (в %) знаходять за формулою:

$$x = \frac{(m_1 - m_2)}{m} 100\%$$

де m_1 – маса бюкса з наважкою до висушування, г;

m_2 – маса бюкса з наважкою після висушування, г;

m – маса наважки дослідного концентрату, г.

Таблиця 2.1. Визначення масової частки вологи прискореним методом

Номер зразка	Номер бюкса	Маса бюкса, г			Маса наважки, г	Масова частка вологи в продукті, %	
		порожнього, висушеного до постійної маси	з наважкою до висушування	з наважкою після висушування		досліджуваний зразок	норма за стандартом

Запитання для самоконтролю

1. Що таке вологість матеріалу?
2. Який показник характеризує вміст вологи у харчовому матеріалі?
3. На що впливає кількість вологи в продукті?
4. Яке значення має вміст вологи у матеріалі при зберіганні?

Тестові завдання для самостійної роботи

1. Аналітичною практикою встановлено, що найбільш зручні в роботі кристалічні осад масою (в г.):
 - а) 0,1
 - б) 0,3
 - в) 0,5
 - г) 1,0
2. Для аналітичних досліджень найбільш зручні в роботі аморфні осад масою (в г.):
 - а) 0,1
 - б) 0,3
 - в) 0,5
 - г) 1,0

3. Осаджувач вибирають, виходячи з ряду вимог до осаду. Добутий осад повинен:

- а) мати найменшу величину добутку розчин-ності;
- б) легко відфільтровуватися і добре відмива-тися від домішок;
- в) при прожарюванні повністю перетворю-ватися у вагову форму;
- г) змінювати свою масу на повітрі або част-ково розкладатися.

4. Для практично повного осадження іону достатньо діяти надлишком осаджувача в розмірі:

- а) подвійного надлишку;
- б) півторачного надлишку;
- в) потрійного надлишку;
- г) всі варіанти невірні.

5. Фактор перерахунку показує скільки грамів визначуваної (досліджуваної) речовини міститься в:

- а) 1 г осаду;
- б) 100г осаду;
- в) 100 мл розчину;
- г) 1 л розчину.

Лабораторна робота №5

ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ КАТІОНІВ ТА АНІОНІВ

Мета: Ознайомитись з методами якісного аналізу катіонів та аніонів макро та мікроелементів, а також важких металів.

Мінеральні речовини складають відносно значну частину людського тіла (приблизно 3 кг золи). У кістках вони представлені у вигляді кристалів, в м'яких тканинах – у вигляді істинного або колоїдного розчину в сполученні головним чином з білками.

Мінеральні речовини потрапляють в організм людини з харчовими продуктами і водою. Концентрація мінеральних речовин в організмі є неоднаковою. Якщо вміст одних хімічних елементів в тканинах людини вимірюється грамами, то концентрація більшості інших елементів в тканинах організму складає 1:100000 і нижче. Хімічні елементи, вміст яких обчислюється в організмі людини грамами, прийнято називати макроелементами, а елементи, що зустрічаються в дуже малих концентраціях – мікроелементами:

– макроелементи – Натрій, Калій, Кальцій, Фосфор, Магній, Хлор, Сульфур;

– мікроелементи – Ферум, Купрум, Манган, Цинк, Йод, Хром, Кобальт, Флуор, Молібден, Нікель, Стронцій, Кремній, Селен і Ванадій.

Реакції проводять методом дробного аналізу – визначення іонів за допомогою специфічних реакцій в окремих порціях досліджуваної речовини. При цьому не враховують наявність інших іонів. Визначення компонентів в окремих порціях аналізованого розчину, що виконується в будь-якій послідовності.

Порядок виконання:

Характерні реакції іонів K⁺

Гексанітрокобальтат (III) натрію Na₃[Co(NO₂)₆]

При дії даним реагентом на нейтральний або підкислений оцтовою кислотою розчин солі калію випадає жовтий кристалічний осад подвійної солі.



Луги та сильні кислоти заважають перебігу реакції, тому що розкладають комплексний аніон.

Слід пам'ятати, що Na₃[Co(NO₂)₆] розкладається під час зберігання, причому буре забарвлення змінюється на рожеве (колір іонів Co²⁺), і такий реагент є непридатним для виявлення іонів K⁺.

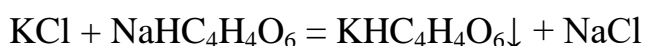
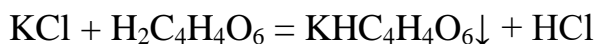
Іони NH₄⁺ заважають виявленню іонів калію, оскільки утворюють з реагентом осад, подібний за кольором до того, що утворюється за наявності калію.

Виконання реакції. До краплі досліджуваного розчину (рН 5-7) додають 2-3 краплі розчину Na₃[Co(NO₂)₆]. Якщо реакція розчину є кислою, то необхідно

додати ацетат натрію для зв'язування іонів H^+ . Якщо є іони K^+ , то утворюється жовтий осад.

Гідротартрат натрію $NaHC_4H_4O_6$

Винна кислота або її кисла натрієва сіль гідротартрат натрію виділяє із нейтральних та слабокислих, концентрованих, охолоджених розчинів солей калію білий кристалічний осад гідротартрату калію, який легко розчинний в мінеральних кислотах та лугах



Для підвищення чутливості реакції до розчину додають невеликий надлишок ацетату натрію, який, взаємодіючи з HCl , що виділяється, утворює оцтову кислоту. Виявленню заважають іони амонію NH_4^+ .

Виконання реакції. До краплі досліджуваного розчину (рН 5-7) додають 2-3 краплі розчину гідротартрату натрію. Пробірку охолодити, потираючи внутрішні стінки скляною паличкою. При наявності іонів K^+ з'являється білий осад.

Реакція забарвлення полум'я.

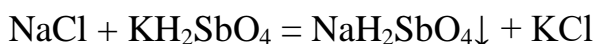
Солі калію забарвлюють полум'я у фіолетовий колір.

Виконання реакції. Платинову або ніхромову дротинку змочують розчином HCl і прожарюють у полум'ї, доки не зникне забарвлення. Чисту розжарену дротинку занурюють у досліджувану речовину і поміщають у полум'я. Якщо є іони калію, то полум'я забарвлюється у блідо-фіолетовий колір.

Характерні реакції іонів Na^+

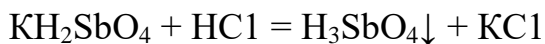
Дигідростибат калію KH_2SbO_4

Реагент з нейтральними або слаболужними розчинами солей натрію утворює білий кристалічний осад дигідростибату натрію



Утворення осаду проходить повільно і може бути прискорене охолодженням розчину, перемішуванням і потиранням скляною паличкою стінок пробірки. Осад

випадає із концентрованих розчинів. Кислоти заважають виявленню, оскільки в їх присутності випадає білий аморфний осад метастабільної кислоти



Виконання реакції. До слаболужного розчину солі калію додають кислу сіль дигідростибат калію. При наявності іонів Na^+ утворюється осад білого кольору. Якщо розчин має кислу реакцію (проба на лакмус), то його нейтралізують розчином K_2CO_3 .

Реакція забарвлення полум'я

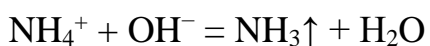
Солі натрію забарвлюють полум'я у яскраво-жовтий колір.

Дослід проводять аналогічно, як із солями калію. Відкриття катіонів натрію цим способом є ненадійним, оскільки жовте забарвлення полум'я може бути обумовлене наявністю сполук натрію в повітрі.

Характерні реакції іонів NH_4^+

Луги (NaOH або KOH)

Під час нагрівання з розчинами лугів солей амонію виділяється аміак

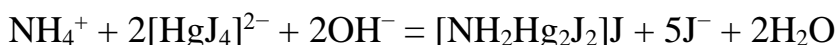


Аміак, що виділяється, виявляють за запахом або хімічними реакціями. Змочений водою фенолфталеїновий папірець, піднесений до пробірки, у якій перебігає реакція, червоніє, оскільки аміак розчиняється у воді, і розчин має лужну реакцію.

Виконання реакції. У тигель (або пробірку) поміщають 3-5 крапель досліджуваного розчину і стільки ж крапель лугу. Зверху на тигель (або пробірку) кладуть предметне скло зі змоченим фенолфталеїновим папірцем і суміш підігривають. Потрібно слідкувати, щоб бризки розчину не потрапляли на папір. Якщо є іони амонію, то фенолфталеїновий папірець червоніє.

Тетрайодомеркурат (II) калію $\text{K}_2[\text{HgJ}_4]$ у KOH (реактив Неслера)

З іонами амонію реагент утворює червоно-бурий осад



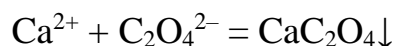
Інші катіони першої аналітичної групи не заважають виявленню іонів NH_4^+ реактивом Неслера. Однак цю реакцію можна виконувати, якщо у розчині немає катіонів, що з лугами утворюють нерозчинні у воді гідроксиди або реагують із J^- іоном. Проведенню реакції заважають такі іони, як Fe^{3+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+} , As(V) та ін. Реакцію виконують з метою виявлення дуже малих кількостей (“слідів”) солей амонію або аміаку. Тоді розчин забарвлюється у жовтий колір.

Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають стільки ж реактиву Неслера. Якщо є NH_4^+ -іони, то залежно від їхньої концентрації утворюється червоно-бурий осад або розчин забарвлюється у жовтий колір.

Характерні реакції іонів Ca^{2+}

Амоній оксалат $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$

Реагент утворює з іонами Ca^{2+} білий кристалічний осад кальцію оксалату



Осад CaC_2O_4 розчиняється у мінеральних кислотах, але не розчиняється в ацетатній кислоті. Виявленню іонів Ca^{2+} заважають іони Ba^{2+} і Sr^{2+} , які утворюють з $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ аналогічні осади.

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі ацетатної кислоти, декілька крапель амоній оксалату і нагрівають. Якщо є іони Ca^{2+} , то випадає білий осад.

Мікрокристалоскопічна реакція.

Сульфатна кислота, взаємодіючи з розчинними солями кальцію, утворює характерні білі кристали гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Цією реакцією можна виявити іони Ca^{2+} за наявності іонів Ba^{2+} .

Виконання реакції. На предметному склі до краплини розчину солі кальцію додають краплину 1М розчину H_2SO_4 і повільно випаровують. Якщо є іони Ca^{2+} , то утворюються характерні пучки кристалів гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Карбонат амонію $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

Реагент осаджує іони Ca^{2+} у вигляді білого аморфного осаду карбонату кальцію CaCO_3 . Під час нагрівання він стає кристалічним.

Карбонат кальцію розчинний в ацетатній та мінеральних кислотах.

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Якщо є іони Ca^{2+} , то утворюється білий осад CaCO_3 .

Реакція забарвлення полум'я.

Солі кальцію забарвлюють полум'я у цегляно-червоний колір.

Виконують дослід аналогічно описаним вище.

Характерні реакції іонів Mg^{2+}

Натрій або амоній гідрогенфосфат Na_2HPO_4 ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$)

З іонами Mg^{2+} , якщо є водний розчин аміаку і NH_4Cl , реагент утворює білий кристалічний осад $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



Сіль амонію додають для того, щоб не випав осад $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Реакції заважають іони Ba^{2+} , Ca^{2+} та інших важких металів.

Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі 2М HCl і 1-2 краплі Na_2HPO_4 . Після цього додають краплями 2М водний розчин NH_3 , помішуючи суміш у пробірці після додавання кожної краплі. Спочатку аміак нейтралізує кислоту, утворюючи NH_4Cl . Коли нейтралізація закінчиться, починає випадати кристалічний осад $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Аміак необхідно додавати до слабколужної реакції розчину (рН 9-10). З розведених розчинів осад випадає швидше, якщо потерти внутрішні стінки пробірки скляною паличкою.

Магnezон I (n-нітробензол-азо-резорцин)

У лужному середовищі реактив забарвлений у червоно-фіолетовий колір. За наявності гідроксиду магнію утворюється адсорбована сполука, яка забарвлює розчин у темно-синій колір. Іони лужних і лужноземельних металів реакції не заважають, їй перешкоджають лише іони Mn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Cd^{2+} .

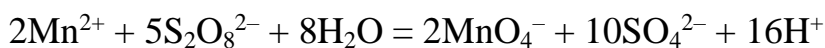
Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі лужного розчину реактиву. Залежно від кількості магнію у досліджуваному розчині утворюється синій осад або розчин стає синім.

Характерні реакції іонів Mn^{2+}

Амоній персульфат $(NH_4)_2S_2O_8$

За наявності каталізатора (іони Ag^+) реагент окиснює іони Mn^{2+} у MnO_4^- .

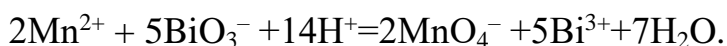
Розчин при цьому забарвлюється у фіолетовий колір



Виконання реакції. У пробірку поміщують 2-3 кристалики $(NH_4)_2S_2O_8$ (або 1 мл 50% розчину), додають 0.5 мл 2М розчину HNO_3 і 2-3 краплі 0.1М розчину $AgNO_3$. Суміш нагрівають (не кип'ятять), у гарячий розчин занурюють скляну паличку, змочену досліджуванним розчином, і продовжують нагрівати пробірку (до $50^\circ C$) протягом 1-2 хв. Якщо є Манган, то розчин забарвлюється у фіолетовий колір. Якщо Мангану багато, а персульфату недостатньо і нагрівання сильне, то може випасти бурий осад $MnO(OH)_2$. Не слід додавати багато $AgNO_3$, тому що утворюється пероксид аргентуму, який забарвлює розчин у жовтий колір.

Натрій бісмутат $NaBiO_3$

Під дією реагента у розчині нітратної кислоти іони Mn^{2+} окиснюються до MnO_4^- за рівнянням

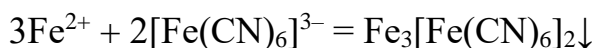


Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 3-4 краплі концентрованої HNO_3 і невелику кількість порошку $NaBiO_3$. Суміш перемішують і центрифугують. Якщо є іони Mn^{2+} , то розчин над осадом забарвлюється в фіолетовий колір.

Характерні реакції іонів Fe^{2+}

Гексаціаноферат (III) калію $K_3[Fe(CN)_6]$

Реагент утворює з іонами Fe^{2+} синій осад $Fe_3[Fe(CN)_6]_2$, так звану, “турнбуленову синь”



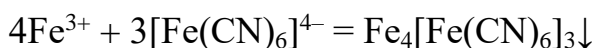
Осад $Fe_3[Fe(CN)_6]_2$ не розчиняється у кислотах, але розкладається в лугах, у результаті чого утворюється $Fe(OH)_2$.

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають стільки ж крапель гексаціаноферату (III) калію. Якщо є іони Fe^{2+} , то утворюється темно-синій осад (реакцію проводять при $\text{pH} \sim 3$).

Характерні реакції іонів Fe^{3+}

Гексаціаноферат (II) калію $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Реагент утворює з іонами Fe^{3+} темно-синій осад $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$, так звану, “берлінську блакить”.



Осад $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ не розчиняється у розведених мінеральних кислотах; луги розкладають продукт реакції, утворюючи $\text{Fe}(\text{OH})_3$

Перебігу реакції заважають іони (фосфат-, оксалат-, фторид- тощо), які утворюють з Fe^{3+} комплексні сполуки.

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. За наявності іонів Fe^{3+} утворюється осад “берлінської блакиті” синього кольору. Цією реакцією можна виявити Fe^{3+} -іони у суміші катіонів усіх інших аналітичних груп.

Тіоціанат амонію NH_4SCN

Роданід калію або амонію з іонами Fe^{3+} утворює низку забарвлених у червоний колір розчинних комплексних сполук: $[\text{FeSCN}]^{2+}$, $[\text{Fe}(\text{SCN})_2]^+$, $[\text{Fe}(\text{SCN})_3]$, $[\text{Fe}(\text{SCN})_4]^-$ тощо.



Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі HNO_3 і 2-3 краплі роданіду калію або амонію. За наявності іонів Fe^{3+} з'являється червоне забарвлення.

Характерні реакції іонів Al^{3+}

Алізарин S (натрієва сіль 1,2-діоксі-антрахінон-3-сульфоїкислоти)

З іонами Al^{3+} в слабкокислому середовищі реагент утворює комплексну сполуку червоного кольору $\text{AlOH}[\text{C}_{14}\text{H}_6\text{O}_3(\text{OH})_2]_2$, яка не розчиняється в ацетатній

кислоті. Вона називається “алюмінієвим лаком”. Іони Fe^{3+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} та деякі інші заважають реакції, бо утворюють аналогічні забарвлені сполуки.

Виконання реакції. Реакцію можна виконати крапельним способом. Для цього на смужку фільтрувального паперу наносять краплю розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, а в її центр краплю досліджуваного розчину. Сторонні іони осаджуються у вигляді гексаціанофератів і залишаються у центрі плями, а іони Al^{3+} по капілярах переміщуються на периферію. Після цього пляму обробляють парами аміаку, тримаючи папір над отвором склянки з розчином аміаку, і змочують розчином алізарину. Потім пляму знову обробляють парами аміаку, папір висушують, а пляму змочують 2М розчином CH_3COOH . Якщо є іони Al^{3+} , то з’являється рожеве кільце.

Нітрат кобальту $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$

Нітрат кобальту утворює з солями алюмінію алюмінат кобальту $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2$ синього кольору, який називається “*тинаровою синню*”.

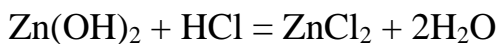
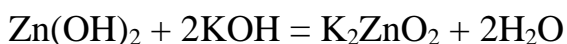


Виконання реакції. Реакцію проводять крапельним методом. На смужку фільтрувального паперу наносять краплю розчину солі алюмінію, потім на це ж місце поміщають краплю сильно розведеного розчину солі кобальту. Вологий фільтрувальний папір підсушують над полум’ям газового пальника і кінець його вносять у полум’я. Поява синього забарвлення на межі обвугленої частини паперу вказує на утворення алюмінату кобальту.

Характерні реакції іонів Zn^{2+}

Гідроксиди натрію та калію NaOH (KOH)

Луги з іонами цинку утворюють білий драглистий осад $\text{Zn}(\text{OH})_2$, розчинний в надлишку реагента з утворенням цинкатів, а також кислот.



Гідроксид цинку осаджується при $\text{pH} = 6,8-8,3$.

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають декілька крапель гідроксиду натрію або калію. Утворений осад випробувати на розчинність в надлишку реагента та хлоридної кислоти.

Дитизон (дифенілтіокарбазон)

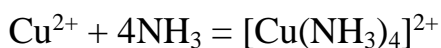
У розчині чотирихлористого вуглецю (або хлороформу) реагент з іонами Zn^{2+} утворює внутрішньокмплексну сполуку яскраво-червоного кольору.

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 1мл ацетатної буферної суміші з рН = 5 і 1-2 мл 10 % розчину дитизону в CCl_4 (або $CHCl_3$). Якщо є іони Zn^{2+} , то шар органічного розчинника забарвлюється у червоний колір. Заважають реакції іони Ag^+ , Bi^{3+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} . Щоб уникнути впливу цих іонів, перед введенням дитизону додають 4-5 крапель 0.5М розчину натрій тіосульфату для зв'язування їх у комплекси.

Характерні реакції іонів Cu^{2+}

Водний розчин аміаку NH_4OH

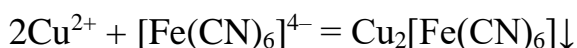
Надлишок реагента утворює з іонами Cu^{2+} комплексну сполуку синього кольору



Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають краплями водний розчин аміаку, поки не випаде блакитний осад основної солі, який розчиняється у надлишку реагента. Якщо є Cu^{2+} , то розчин забарвлюється у волошково-синій колір.

Калій гексаціаноферат(II) $K_4[Fe(CN)_6]$

При рН<7 реагент утворює коричнево-червоний осад



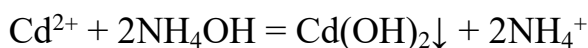
Осад розчинний у водному розчині аміаку, нерозчинний у розведених кислотах; розкладається лугами, в результаті чого утворюється блакитний осад купрум гідроксиду. Реакції заважають іони Fe^{3+} .

Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі $K_4[Fe(CN)_6]$. Якщо є іони Cu^{2+} , утворюється коричнево-червоний осад.

Характерні реакції іонів Cd^{2+}

Водний розчин аміаку NH_4OH

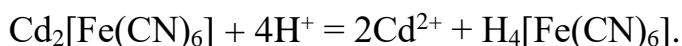
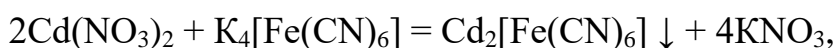
Аміак при обережному додаванні до розчинів солей кадмію утворює осад гідроксиду кадмію, який розчиняється в надлишку реактива



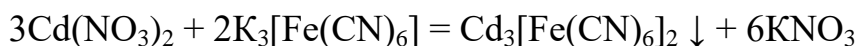
Виконання реакції. До 2-3 досліджуваного розчину додають декілька крапель розчину аміаку. Утворений осад випробовують на розчинність в надлишку реагента.

Калій гексаціаноферат (II) та калій гексаціаноферат (III)

Калій гексаціаноферат (II) виділяє білий аморфний осад $\text{Cd}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, який розчиняється в мінеральних кислотах:



Калій гексаціаноферат (III) з катіонами кадмію утворює жовтий аморфний осад $\text{Cd}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

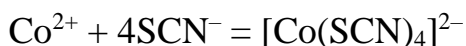


Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ або $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Якщо є іони Cd^{2+} , утворюється осад білого або жовтого кольору.

Характерні реакції іонів Co^{2+}

Роданід калію або амонію KSCN (NH_4SCN)

Реагент з іонами кобальту утворює комплексну сполуку синього кольору. Реакція протікає в слабо-кислому середовищі.

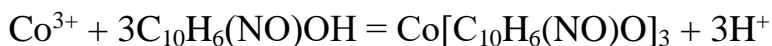


Виконання реакції. До 3-4 крапель солі кобальту додають 0,5мл суміші амілового спирту та ефіру і 3-4 краплі насиченого розчину NH_4SCN . Вміст пробірки струшують і спостерігають появу забарвлення ефірного шару.

Визначенню заважають Hg^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , які попередньо маскують фторидами або тартратами.

Реактив Ільїнського α -нітрозо- β -нафтол

Реагент утворює з іонами кобальту темно-червоний осад $\text{Co}[\text{C}_{10}\text{H}_6(\text{NO})\text{O}]_3$, нерозчинний в кислотах і лугах

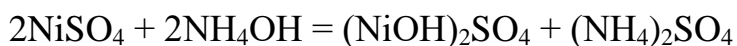


Виконання реакції. До 3-4 крапель солі кобальту додають 3-4 краплі HCl і нагрівають до кипіння, далі дають 3-4 краплі реагента і знову нагрівають.

Характерні реакції іонів Ni^{2+}

Водний розчин аміаку NH_4OH

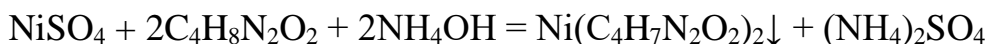
При дії аміаку на розчини солей Ніколу осаджується основна сіль, розчинна в надлишку реактива з утворенням комплексної солі.



Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додати декілька крапель розчину аміаку. Утворений осад випробувати на розчинність в надлишку реагента.

Реактив Чугаєва (диметилгліоксим)

З іонами Ni^{2+} реагент утворює червоний осад внутрішньокмлексної сполуки диметилгліоксимату нікелю.

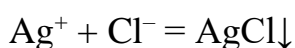


Виконання реакції. До 2-3 досліджуваного розчину додати декілька крапель концентрованого розчину аміаку і 1 краплю реагента. Визначенню заважають іони Fe^{2+} .

Характерні реакції іонів Ag^+

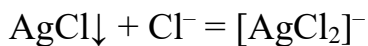
Хлоридна кислота

Реагент утворює з іонами Ag^+ білий осад AgCl

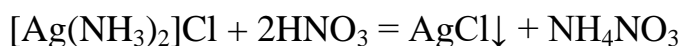
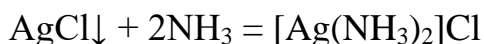


Аргентум хлорид під впливом світла розкладається і при цьому виділяється дрібнодисперсне металічне срібло і осад чорніє.

Концентрована HCl не повністю осаджує іон Ag^+ , тому що утворює з ним розчинний комплексний іон $[\text{AgCl}_2]^-$



Аргентум хлорид розчиняється у водному розчині аміаку і знову випадає в осад, якщо підкислювати цей розчин нітратною кислотою

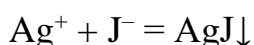


За цією реакцією можна виявляти іони аргентуму у складній суміші катіонів. Реакцію осадження аргентум хлориду виконують у кислих розчинах. Реакції заважають іони Hg_2^{2+} , Pb^{2+} та ін.

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі 2М розчину HCl. Якщо є іони Ag^+ , випадає білий осад, який розділяють на дві частини і випробовують його розчинність у HNO_3 і водному розчині аміаку. До одержаного розчину, що містить комплексні іони аргентуму, додають краплю фенолфталеїну і концентровану HNO_3 (до зникнення рожевого забарвлення) і ще 1-2 краплі надлишку. Випадає білий осад AgCl .

Калій йодид KJ

Реагент утворює з іонами Ag^+ жовтий осад AgJ



Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі розчину калій йодиду. За наявності іонів Ag^+ випадає жовтий осад аргентум йодиду, нерозчинний у H_2SO_4 і HNO_3 . На відміну від аргентум хлориду аргентум йодид не розчиняється у водному розчині NH_3 .

Характерні реакції іонів Pb^{2+}

Хлоридна кислота

HCl (розведена) утворює з іонами Pb^{2+} осад білого кольору PbCl_2

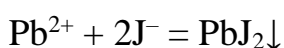


Осад $PbCl_2$, як і осад $AgCl$ і Hg_2Cl_2 , розчиняється у концентрованій HCl і концентрованих розчинах хлоридів лужних металів з утворенням хлоридних комплексів. На відміну від осадів $AgCl$ і Hg_2Cl_2 , осад $PbCl_2$ не розчиняється і не змінює кольору внаслідок дії водного розчину NH_3 . Характерною особливістю $PbCl_2$ є розчинність його у гарячій воді. Цим користуються для відокремлення $PbCl_2$ від $AgCl$ і Hg_2Cl_2 .

Виконання реакції. До краплі досліджуваного розчину додають 1-2 краплі 2М HCl . Якщо є іони Pb^{2+} , випадає білий осад $PbCl_2$. Якщо до осаду додати декілька крапель (6-8) води і нагріти на водяній бані, то він розчиняється, а у випадку охолодження знову випадає у вигляді кристалів голкоподібної форми.

Калій йодид KJ

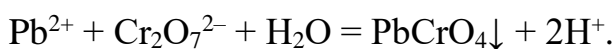
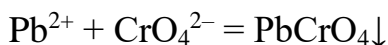
Реагент утворює з іонами Pb^{2+} жовтий осад PbI_2



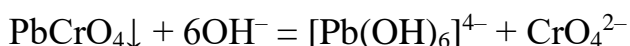
Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі KJ . Випадає жовтий осад. До одержаного осаду додають декілька крапель води, 3-4 краплі 2М розчину CH_3COOH і нагрівають. Осад розчиняється, але коли занурити пробірку в холодну воду, PbJ_2 знову випадає в осад у вигляді блискучих золотистих кристалів.

Калій хромат і біхромат K_2CrO_4 , $K_2Cr_2O_7$

Реагенти утворюють з іонами плюмбуму жовтий осад хромату плюмбуму



Осад $PbCrO_4$ нерозчинний у CH_3COOH , водному розчині аміаку, але розчинний у лугах:



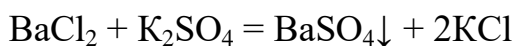
Реакції заважають іони Ag^+ , Hg_2^{2+} , Ba^{2+} .

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають декілька крапель 2М CH_3COOH і 2-3 краплі калій хромату або біхромату. Якщо є іони Pb^{2+} , випадає жовтий осад, який добре розчиняється у лугах, на відміну від осаду $BaCrO_4$.

Характерні реакції іонів SO_4^{2-}

Хлорид барію BaCl_2

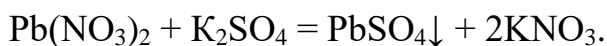
Реагент з іонами SO_4^{2-} утворює білий кристалічний осад сульфату барію BaSO_4 , практично нерозчинний у воді і мінеральних кислотах



Виконання реакції. До 2–4 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі 6 М розчину BaCl_2 . В присутності сульфат-іонів випадає білий осад.

Розчинні солі свинцю

Нітрат плюмбуму осаджує із розчинів сульфатів білий кристалічний осад сульфату плюмбуму PbSO_4



Осад PbSO_4 не розчиняється в розведених кислотах, але розчиняється в лугах і концентрованих розчинах ацетату і тартрату амонію $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ і $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$:



Мікрокристалоскопічна реакція.

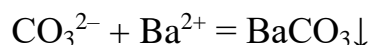
Солі кальцію, взаємодіючи з сульфат-іонами, утворюють характерні білі кристали гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Виконання реакції. До краплини досліджуваного розчину додають краплю $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ і нагрівають. При наявності SO_4^{2-} -іонів утворюються характерні пучки кристалів гіпсу $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Характерні реакції іонів CO_3^{2-}

Хлорид барію BaCl_2

Хлорид барію з іонами CO_3^{2-} утворює білий осад BaCO_3 , який розчинний у розведених мінеральних кислотах і у ацетатній кислоті:

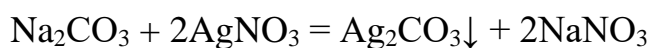


Реакція розчинення BaCO_3 у кислотах перебігає із виділенням газу, що також є її характерною ознакою.

Виконання реакції. До 5-6 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі розчину BaCl_2 . В присутності карбонат-іонів випадає білий осад. Рідину з осаду відбирають піпеткою, а до осаду додають декілька крапель 2М HCl . Якщо осад розчиняється з виділенням бульбашок газу, то це свідчить про наявність BaCO_3 .

Нітрат аргентуму AgNO_3

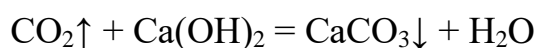
Реагент осаджує білий осад карбонату аргентуму Ag_2CO_3 , добре розчинний в розведених кислотах, який з часом (і особливо при нагріванні) темніє



Виконання реакції. До 2-4 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі розчину нітрату аргентуму. Пробірку з утвореним осадом нагрівають.

Мінеральні кислоти

Розведені та концентровані мінеральні кислоти, а також ацетатна кислота при взаємодії з карбонатами розкладають їх, і при цьому виділяють вуглекислий газ, який виявляють за помутнінням вапняної або баритової води

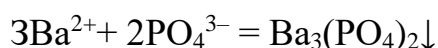
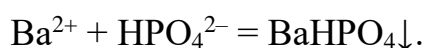


Виконання реакції. У пробірку відбирають декілька крапель досліджуваного розчину, який підкислюють розчином HCl . Наявність CO_2 перевіряють реакцією з баритовою водою. Реакції заважає сульфат-іон.

Характерні реакції іонів PO_4^{3-}

Барій хлорид BaCl_2

З нейтральних розчинів реагент осаджує білий аморфний осад барію гідрогенфосфату. З лужних розчинів виділяється білий осад середньої солі барію фосфату

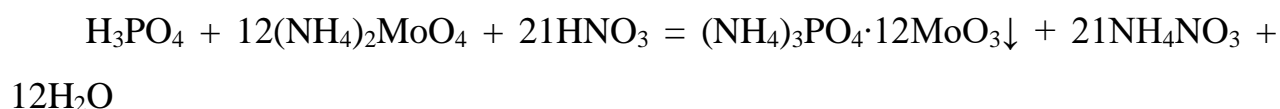


Обидва осад розчиняються в ацетатній і мінеральних кислотах.

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 краплі водного розчину NH_3 і стільки ж крапель BaCl_2 . Якщо є іони PO_4^{3-} , випадає білий осад. Рідину з осаду відбирають піпеткою, а до осаду додають 3-5 крапель 2М HCl . Якщо осад розчиняється без виділення газу, то це означає, що у вихідному розчині є іони PO_4^{3-} .

Молибденова рідина (суміш амоній молібдату, амоній нітрату і нітратної кислоти)

Реагент осаджує жовтий кристалічний осад амоній фосформолібдату



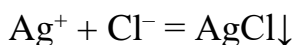
Осад, що утворився, розчинний у лугах.

Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 8-10 крапель молибденової рідини і суміш легко підігрівають. Випадання через деякий час жовтого осаду свідчить про наявність фосфат-іонів.

Характерні реакції іонів Cl^-

Аргентум нітрат AgNO_3

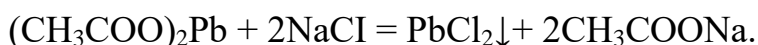
Реагент осаджує білий осад AgCl , який не розчиняється в розведених кислотах, але добре розчиняється у водному розчині NH_3 , утворюючи комплексну сполуку – аміакат аргентуму, що добре розчиняється у воді



Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі 6М нітратної кислоти і 1-2 краплі AgNO_3 . Випадання білого осаду, розчинного у водному розчині NH_3 свідчить про наявність іонів Cl^- .

Ацетат плюмбуму $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$

Ацетат, а також інші розчинні солі свинцю, осаджують із розведеної HCl і розчинів хлоридів білий кристалічний осад PbCl_2



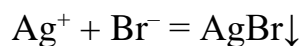
Осад добре розчиняється в гарячій воді. При охолодженні $PbCl_2$ кристалізується знов у вигляді великих кристалів.

Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі розчину ацетату плюмбуму. Утворення білих кристалів свідчить про наявність хлорид-іонів.

Характерні реакції іонів Br^-

Аргентум нітрат $AgNO_3$

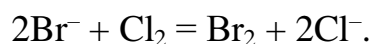
Реагент осаджує світло-жовтий осад $AgBr$. Осад нерозчинний у мінеральних кислотах, але розчинний у 25% водному розчині аміаку.



Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 2М розчин HNO_3 і 2-3 краплі розчину $AgNO_3$. Якщо є Br^- -іони, то утворюється світло-жовтий осад.

Реакція окиснення.

Іони Br^- у кислому середовищі окиснюються хлорною водою до броду, який забарвлює шар органічного розчинника (бензол) у жовтий колір

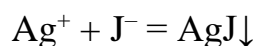


Виконання реакції. До 3-4 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі розчину H_2SO_4 , 0.5 мл бензолу і 2-3 краплі хлорної води. Пробірку енергійно струшують. Якщо є іони Br^- , то шар бензолу забарвлюється в жовтий колір.

Характерні реакції іонів I^-

Аргентум нітрат $AgNO_3$

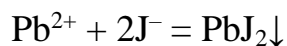
Аргентум нітрат утворює з іонами I^- жовтий осад AgI , який не розчиняється в HNO_3 та у водному розчині аміаку (на відміну від $AgCl$ та $AgBr$)



Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі 6М нітратної кислоти і 1-2 краплі AgNO_3 . Випадання жовтого осаду, який не розчиняється у водному розчині NH_3 , свідчить про наявність іонів J^- .

Ацетат плюмбуму $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$

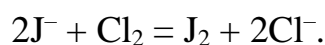
Реагент утворює з іонами J^- жовтий осад PbJ_2



Виконання реакції. До 1-2 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Випадає жовтий осад. До одержаного осаду додають декілька крапель води, 3-4 краплі 2М розчину CH_3COOH і нагрівають. Осад розчиняється, але коли занурити пробірку в холодну воду, PbJ_2 знову випадає в осад у вигляді блискучих золотих кристалів.

Реакція окиснення.

Хлорна або бромна вода у кислому середовищі окиснює іони J^- до молекулярного йоду, який забарвлює шар органічного розчинника у рожево-фіолетовий колір

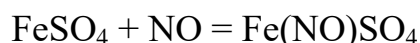


Виконання реакції. До 3-4 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплі розчину H_2SO_4 , 0.5 мл бензолу і 2-3 краплі хлорної води. Пробірку енергійно струшують. Якщо є іони J^- , то шар бензолу забарвлюється в рожево-фіолетовий колір.

Характерні реакції іонів NO_3^-

Ферум (II) сульфат FeSO_4

Сульфат заліза (II) в кислому середовищі відновлює іони NO_3^- до NO з наступним утворенням комплексної сполуки $\text{Fe}(\text{NO})\text{SO}_4$, яка має характерне буре забарвлення



Виконання реакції. На предметне скло наносять краплину досліджуваного розчину, в яку додають кристалик FeSO_4 і краплю концентрованої H_2SO_4 . У

присутності іонів NO_3^- навколо кристалика виникає буре кільце. Проведенню реакції заважають іони NO_2^- , Br^- і I^- .

Дифеніламін (C_6H_5) $_2\text{NH}$

У сильно кислому середовищі реагент окислюється іонами NO_3^- , утворюючи сполуку темно-синього кольору.

Виконання реакції. На предметне скло поміщають 3-4 краплі розчину дифеніламіну в концентрованій H_2SO_4 і додають краплю розчину нітрату натрію. Розчин забарвлюється в темно-синій колір. Іони NO_2^- , S^{2-} та інші відновники заважають проведенню реакції.

Алюміній, магній, цинк

Дані метали у лужному розчині відновлюють нітрат-іони до аміаку



Заважає реакції іон NH_4^+ , а також аніони, які містять нітроген.

Виконання реакції. У тигель до 3-4 крапель досліджуваного розчину додають 1-2 кусочки металічного алюмінію або цинку і надлишок NaOH . За наявності NO_3^- утворюється газоподібний аміак, який забарвлює змочений фенолфталеїновий папірець у рожевий колір.

Тестові завдання для самоконтролю

1. В лабораторії необхідно ідентифікувати катіон амонію. Можна використати розчин:
 - А. реактиву Несслера
 - В. Калію хромату.
 - С. Цинку уранілацетату.
 - Д. Реактиву Чугаєва.
 - Е. Натрію сульфату.
2. Вкажіть, який реагент дозволяє виявити катіони барію у присутності катіонів кальцію і стронцію:
 - А. Йодид калію
 - В. Хлорид калію

- C. Дихромат калію
- D. Нітрат калію
- E. Гідроксид натрію

3. Реакція утворення золотисто-жовтого осаду (реакція “золотого дощу”) – це реакція:

- A. утворення осаду $PbCl_2$
- B. утворення осаду PbI_2
- C. утворення осаду AgI
- D. утворення осаду HgI_2
- E. утворення осаду Hg_2I_2

4. На катіони третьої аналітичної групи подіяли розчином сульфатної кислоти.

Який з катіонів групи осаджується останнім?

- A. Кальцій
- B. Магній
- C. Стронцій
- D. Барій
- E. Плюмбум

5. Катіони кальцію входять до складу деяких фармацевтичних препаратів.

Фармакопейною реакцією для визначення катіону кальцію є реакції з розчином:

- A. Калій йодиду
- B. Кислоти хлористоводневої
- C. Амоній оксалату
- D. Амоній гідроксиду
- E. Натрій гідроксиду

6. Укажіть чим характеризується здатність реагенту давати добре фіксований аналітичний ефект при взаємодії з досліджуваною речовиною?

- A. Вибірковістю реакції
- B. Чутливістю реакції
- C. Специфічністю реакції
- D. Селективністю реакції

Е. Кількістю реагенту

7. Яка спільна властивість сполук катіонів Al^{3+} , Zn^{2+} , Cr^{3+} , Sn^{2+} об'єднує їх в IV аналітичну групу (кислотно-основна класифікація)?

А. Розчинність гідроксидів в кислотах.

В. Нерозчинність солей у воді.

С. Добра розчинність деяких солей.

Д. Амфотерність гідроксидів.

Е. Розчинність гідроксидів в надлишку розчину аміаку.

8. До досліджуваного розчину додали надлишок 6М розчину натрію гідроксиду і 3% розчину пероксиду водню. Розчин при нагріванні забарвився в жовтий колір.

Це свідчить про присутність в розчині:

А. Катіонів хрому (III).

В. Катіонів олова (II).

С. Катіонів алюмінію

Д. Катіонів цинку

Е. Катіонів свинцю

9. До шостої групи катіонів належать катіони Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} . Вказати груповий реагент для шостої групи катіонів.

А. розчин NaOH

В. розчин H_2SO_4

С. надлишок розчину аміаку

Д. надлишок розчину KOH

Е. розчин HCl

10. Вкажіть, які катіони є в розчині, якщо при додаванні до нього реактиву

Чугаєва та аміачного буферного розчину утворюється червоно-малиновий осад:

А. Катіони нікелю

В. Катіони алюмінію

С. Катіони купруму

Д. Катіони кобальту

Е. Катіони феруму

11. Розчином якої речовини можна визначити наявність хлорид-іонів в питній воді?

- A. бромату калію
- B. йоду
- C. срібла нітрату
- D. натрію гідроксиду
- E. аміаку

12. Для виготовлення та аналізу лікарських препаратів широко застосовуються буферні розчини. Буферні розчини використовують для:

- A. Підтримки певного значення величини рН розчину.
- B. Зміни величини рН розчину.
- C. Зміни константи іонізації речовини.
- D. Зміни іонної сили розчину.
- E. Зміни добутку розчинності речовини.

13. Як називаються реакції і реагенти, які дають можливість визначити даний іон в присутності інших:

- A. Групові
- B. Селективні
- C. Специфічні
- D. Вибіркові
- E. Загальні

14. Якісною реакцією на фосфат-йони є дія магnezіальної суміші. В результаті утворюється білий кристалічний осад $MgNH_4PO_4$. Склад магnezіальної суміші наступний:

- A. $MgCl_2$, $NH_3 \cdot H_2O$, NH_4Cl
- B. $MgCl_2$, $NaOH$, $NaCl$
- C. $MnCl_2$, $NH_3 \cdot H_2O$, $NaCl$
- D. $MgCl_2$, $MnSO_4$, NH_4Cl
- E. $MgCl_2$, NH_4Cl

15 Який іон міститься в розчині, якщо при дії на нього дифеніламіну у присутності концентрованої сульфатної кислоти спостерігається синє забарвлення:

- A. Сульфід
- B. Фосфат
- C. Ацетат
- D. Нітрат
- E. Сульфат

16. При додаванні до досліджуваного розчину розчину барій хлориду утворився білий осад, не розчинний у кислотах і лугах. Це свідчить про присутність у досліджуваному розчині:

- A нітрат- іонів
- B хлорид- іонів
- C сульфат- іонів
- D перманганат- іонів
- E іонів феруму(II)

17. До розчину, що досліджується, додали хлоридної кислоти. Осад, що випав, відфільтрували та обробили на фільтрі гарячою водою, а після охолодження до фільтрату додали розчин KI. Який катіон присутній у розчині, якщо осад мав жовтий колір?

- A. Ag^+
- B. Pb^{2+}
- C. Hg^{2+}
- D. Ca^{2+}
- E. Ba^{2+}

18. В розчині присутні катіони кальцію, барію, алюмінію, калію, натрію. До розчину додали невелику кількість гідроксиду амонію і розчин алізарину. Утворився червоний осад. Який іон виявили цією реакцією?

- A. барію.
- B. кальцію.

С. алюмінію.

Д. калію.

Е. натрію.

19. До досліджуваного розчину додали розчин амонію тіоціанату. Розчин забарвився в червоний колір. На присутність якого катіону вказує цей аналітичний ефект:

А. Феруму (III) .

В. Меркурію (II).

С. Аргентуму .

Д. Меркурію (I).

Е. Плюмбуму (II).

20. В якісному аналізі специфічним реагентом на катіони Fe^{2+} є:

А $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

В $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$

С NaOH

Д $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Е NH_4OH

Лабораторна робота № 6

ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ВОДИ

Мета: Ознайомитись з методами об'ємного аналізу на прикладі визначення розчинних солей Кальцію та Магнію у воді.

Титриметричний (об'ємний) аналіз ґрунтується на точному вимірюванні кількості реагента, який витрачено на реакцію з визначуваною речовиною.

Титрування - це процес, в якому до розчину визначуваного інгредієнта поступово малими порціями (краплями) додають розчин реагента (титранта), доки не буде досягнута точка еквівалентності. Отже, *відтитрувати розчин* - це означає встановити кількості проби і титранта, в яких вони еквівалентні один одному. Момент титрування, коли кількість доданого титранта хімічно еквівалентна кількості титрованої речовини називають *точкою еквівалентності*. Отже, щоб використати реакцію в титриметричному аналізі, необхідне фіксування точки еквівалентності. У цьому принципова різниця між гравіметричним і титриметричним аналізами. У гравіметрії не фіксують точку еквівалентності, а навпаки, вводять надлишок реагента.

Кінцеву точку титрування визначають, спостерігаючи за зміною певної фізичної властивості в точці еквівалентності, або поблизу неї. Найчастіше для цього застосовують індикатори, однак можна використовувати й інші фізичні властивості: зміну

електропровідності розчину, електродного потенціалу, показника заломлення та ін.

У титриметричному аналізі використовують різні типи оборотних хімічних реакцій: кислотно-основні (протолітометрія); окиснення-відновлення (редоксиметрія); комплексоутворення, осадження.

Обчислення в титриметричному аналізі

Розрахунки, пов'язані з приготуванням розчинів, а також із переходом від одних способів вираження концентрації до інших, розглядалися в курсі

неорганічної хімії. Тому зупинимось більш детально лише на розрахунках, які безпосередньо відносяться до титриметричного аналізу.

В основі даних обчислень лежить наступний принцип: *речовини реагують між собою завжди в еквівалентних кількостях*. Результати аналізу виражають у вигляді вмісту речовини в грамах або в процентах. Для виконання титриметричного аналізу необхідні розчини досліджуваної (визначуваної) речовини - А, титранта - В і інші. Наважку (m) х.ч. речовини (в грамах) для приготування певного об'єму (V) розчину із заданою нормальністю (N) обчислюють за формулою:

$$m = N E V / 1000 \quad (1)$$

Якщо речовина забруднена і містить приблизно $C\%$ основного компонента, то наважка обчислюється за формулою:

$$m = N E V 100 / (1000 C\%) \quad (2)$$

При використанні рідких речовин з відомою густиною (p) і приблизним процентним вмістом, наважку (W) обчислюють за формулою:

$$W = N E V 100 / (1000 p C\%) \quad (3)$$

В титриметричному аналізі використовуються реакції, що відбуваються, в стехіометричних співвідношеннях, для яких діє закон еквівалентів. Тому в точці еквівалентності:

$$N_a \cdot V_a = N_b \cdot V_b \quad (4)$$

За даною формулою розраховують нормальність титранта, якщо відома нормальність титрованого розчину і навпаки, а також молярність (як величину, кратну нормальності).

Титр розчину (T) - вміст речовини (в г) в 1 мл розчину обчислюють за формулою:

$$T = m/V \quad (5)$$

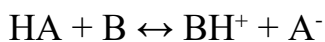
$$T = N \cdot E / 1000 \quad (6)$$

Застосовуючи формули (6) і (7), можна обчислити (N) розчину, якщо знати наважку речовини (m) в певному об'ємі розчину:

$$N = m \cdot 1000 / (V \cdot E)$$

Метод кислотно-основного титрування (проташомегрія)

В основі даного методу лежить реакція протонного переносу, яку можна схематично зобразити так:



Іншими словами, до цього методу належать визначення, в основі яких є реакція



За допомогою цього методу можна визначити кількість або концентрацію кислот, лугів та речовин, що реагують з ними, наприклад солей карбонатної, борної кислоти і ін.

Метод кислотно-основного титрування, за допомогою якого визначають концентрацію кислоти, титруючи її розчином лугу відомої концентрації, називається *алкаліметрією*. Метод, за допомогою якого визначають концентрацію лугу, титруючи його розчином кислоти відомої концентрації, називається *ацидиметрією*.

Робочими розчинами в протолітометрії є розчини сильних кислот (HCl , H_2SO_4 та ін) або лугів (NaOH , KOH та ін.). Розчини кислот стійкі і можуть довго зберігатися, не змінюючи своєї концентрації. Розчини лугів теж стійкі, але їх потрібно зберігати у пластмасовому посуді, оскільки луги активно взаємодіють із склом. Крім того, луги поглинають із повітря карбон діоксид, що викликає зміну концентрації розчину. Отже, сильні кислоти та луги не відповідають вимогам первинних стандартів.

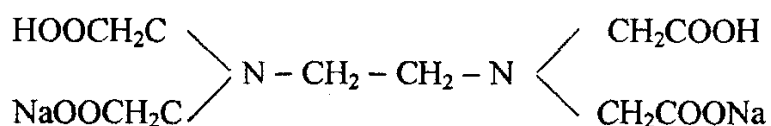
Стандартизацію розчинів кислот проводять за натрій карбонатом (Na_2CO_3) або натрій тетраборатом ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, бура); розчинів основ за оксалатною ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) або бензойною ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$) кислотою.

Оскільки більшість розчинів, які використовують у протолітометрії, є безбарвними, то для фіксування точки еквівалентності використовують індикатори. Від правильного вибору індикатора залежить точність титрування.

Комплексонометрія

Важлива роль комплексних сполук в аналітичній хімії зумовила швидкий розвиток хімії полідентатних реагентів. Найбільш цікавими і перспективними сполуками цього типу є *комплексони*, які утворюють з іонами багатьох металів розчинні у воді комплекси.

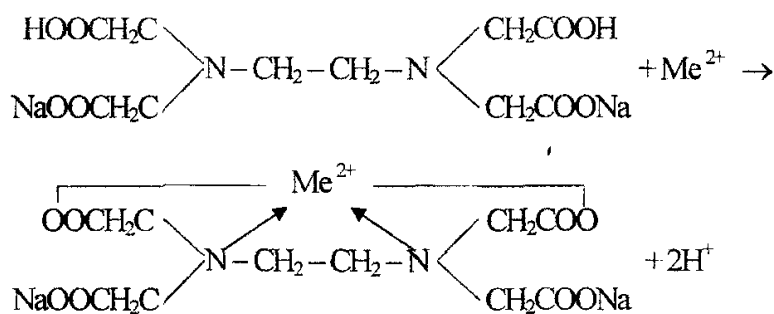
Розділ титриметрії, в якому в якості титрантів використовують комплексони, одержав назву комплексонометрії (хелатометрії, іноді вживають термін „трилонометрія”). Найчастіше використовують *етилендіамінтетраацетатну кислоту (комплексон II)*. Вільна кислота малорозчинна у воді, тому застосовують її двозаміщену натрієву сіль (комплексон III, ЕДТА, трилон Б):



Скорочено позначають формулою $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$.

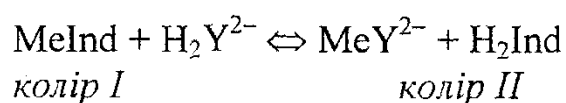
Багато іонів металів здатні заміщувати атоми гідрогену карбоксильних груп ЕДТА, одночасно зв'язуючись координаційно з нітрогеном аміногрупи.

Комплексон III одержав широке застосування в хімічному аналізі тому, що він утворює внутрікомплексні солі з катіонами лужноземельних металів (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+}), які дуже важко перевести в комплексні сполуки іншими способами. Титрування комплексоном III використовують для кількісного визначення даних катіонів.



У комплексонометрії кінцеву точку титрування визначають за допомогою *металохромних індикаторів*, а також специфічних речовин, які реагують з іонами певного металу (тіоціанат на іон Fe^{3+}).

Металохромні індикатори (хромоген чорний або еріохром чорний Т, мурексид, ксиленоловий оранжевий) нестійкі у водних розчинах, тому їх застосовують у вигляді сухої суміші з натрій хлоридом у співвідношенні (1:100). Механізм дії індикаторів полягає в тому, що вони при певному значенні кислотності утворюють з катіонами металів розчинні забарвлені комплекси, які у процесі титрування розчином ЕДТА руйнуються, а замість них утворюються безбарвні більш стійкі комплекси катіона з ЕДТА. Отже, в точці еквівалентності спостерігається перехід забарвлення комплексу метал індикатора (MeInd) до забарвлення вільного індикатора (умовно H₂Ind):



Визначення загальної твердості води

Твердість води зумовлена наявністю розчинних солей кальцію і магнію. Розрізняють карбонатну і некарбонатну твердість води. Перша зумовлена наявністю у воді гідрокарбонатів кальцію і магнію (під час нагрівання розчину до кипіння важкорозчинні карбонати випадають в осад і твердість усувається). Друга - наявністю хлоридів та сульфатів кальцію і магнію. Сумарний вміст кальцієвих і магнієвих солей і є загальною твердістю води.

Порядок виконання

В колбу для титрування відміряйте піпеткою 100 мл досліджуваної води і додайте 5 мл амонійної буферної суміші. Додавайте по краплях розчин індикатора (хромоген чорний) до появи добре помітного, але не надто темного винно-червоного забарвлення (можна вносити не розчин індикатора, а 20-30 мг сухої суміші індикатора з хлоридом натрію).

Титруйте воду 0,05 н розчином трилону Б до зміни винно- червоного забарвлення на синє.

Загальну твердість води (Ca²⁺, Mg²⁺, на 1 л) визначте за формулою в тисячних долях еквівалентної маси:

$$\text{Твердість} = (NV_11000)/V$$

де N - нормальна концентрація розчину трилону Б;

V_1 - об'єм робочого розчину комплексу, затрачений на титрування;

V - об'єм води, взятий для дослідження.

Тестові завдання для самоконтролю

1. Якщо концентрація робочого розчину (титранту) встановлена за точним зважуванням твердого реагенту з подальшим розчиненням наважки у певному об'ємі розчинника, то такі реагенти називають:

- а) якісними реагентами;
- б) первинними стандартами;
- в) вторинними стандартами;
- г) стандартними розчинами.

2. До реагентів, які використовують як первинні стандарти, належать:

- а) калій біхромат;
- б) калій бромат;
- в) натрій тетраборат;
- г) хлоридна кислота.

3. В досліджуваному зразку визначають кількісний вміст кальцій хлориду методом прямого комплексометричного титрування. Виберіть індикатор для фіксування кінцевої точки титрування:

- а) еріохром чорний Т;
- б) крохмаль;
- в) лакмус;
- г) фенолфталеїн.

4. Щоб провести стандартизацію розчину натрій гідроксиду, в якості первинного стандарту використовують розчин:

- а) оксалатної кислоти;
- б) ацетатної кислоти;
- в) хлоридної кислоти;
- г) натрій тетраборату.

5. Якщо до досліджуваного розчину додають надлишок розчину основного реагенту, непрореагований залишок якого титрують допоміжним розчином, то це є:

- а) спосіб прямого титрування;
- б) спосіб непрямого титрування;
- в) спосіб титрування залишку;
- г) титрування замісника.

6. При йодидометричному визначенні купруму (II) до аналізованого розчину додають надлишок калій йодиду, а виділений йод відтитровують натрій тіосульфатом. Це спосіб:

- а) прямого титрування;
- б) титрування залишку;
- в) непрямого титрування;
- г) оберненого титрування.

7. При титриметричному аналізі методом окиснення-відновлення до реакційної системи додають індикатори, які реагують на зміну:

- а) редокс-потенціалу системи;
- б) концентрацій іонів гідрогену;
- в) іонної сили розчину;
- г) ступеня іонізації досліджуваної речовини.

8. Методом прямої комплексометрії визначають концентрацію:

- а) катіонів металів;
- б) аніонів сильних кислот;
- в) аніонів слабких кислот, які володіють властивістю вступати в реакції комплексо-утворення;
- г) гідроксид-іонів.

9. З приведених розчинів - як робочий (титрант) в методі алкаліметрії використовують:

- а) калій гідроксид;
- б) хлоридну кислоту;

в) оксалатну кислоту;

г) натрій тетраборат.

10. Для стандартизації титрованого розчину трилону Б використовують стандартний розчин:

а) цинк сульфату;

б) натрій тетраборату;

в) калій дихромату;

г) оксалатної кислоти.

Лабораторна робота № 7

ФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ У ВОДІ

Мета: Ознайомитись з фотометричним методом аналізу та опанувати методику проведення аналізу вмісту металів у воді.

Оптичні методи аналізу базуються на вимірюванні оптичних властивостей речовин (випромінювання, поглинання, розсіювання, відображення, заломлення, поляризація світла), що виявляються за їх взаємодії з електромагнітним випромінюванням. За характером цієї взаємодії розрізняють атомний та молекулярний аналіз. До оптичних методів відносять всі методи спектрального аналізу, в яких досліджують спектри оптичного діапазону, що лежать в УФ, В, ІЧ областях електромагнітного випромінювання.

Розрізняють такі основні методи:

- Атомний спектральний емісійний аналіз (АЕСА). В основі методу лежить вимірювання інтенсивності світла, що випромінюється атомами або іонами речовини, при його збудженні у плазмі електричного розряду.

- Полуменева фотометрія заснована на використанні газового полум'я як джерела енергетичного збудження випромінювання атомів речовин.

- Атомно-абсорбційний аналіз ґрунтується на вимірі світлопоглинання незбудженими атомами речовин.

- Молекулярно-абсорбційний аналіз (фотоелектроколориметрія, спектрофотометрія) ґрунтується на вимірі світлопоглинання молекулами речовин.

- Люмінесцентний аналіз ґрунтується на вимірюванні інтенсивності випромінювання молекулами під впливом різних видів збудження.

В основі молекулярно-абсорбційних методів лежить закон світлопоглинання Бугера-Ламберта-Бера, згідно з яким частка світлового потоку, поглиненого однорідним середовищем прямо пропорційна коефіцієнту світлопоглинання (молярному або питомому), товщині шару поглинання і концентрації забарвленого поглинаючого середовища.

$$I = I_0 \cdot e^{-\varepsilon C l}$$

де I_0 - інтенсивність монохроматичного випромінювання світлового потоку, що падає на світлопоглинаюче середовище;

I – інтенсивність випромінювання світлового потоку, що пройшов крізь це середовище ($I < I_0$);

ε – коефіцієнт поглинання світла чи показник екстинкції світла. Екстинкція – це ослаблення інтенсивності світла за його поглинання, розсіяння даним середовищем. Якщо концентрація розчину виражена в одиницях моль/л, а товщина поглинаючого шару см, ε називають молярним коефіцієнтом світлопоглинання; якщо концентрація розчину виражена у відсотках $W(\%)$, коефіцієнт світлопоглинання називають питомим. Молярний коефіцієнт поглинання вимірюють в одиницях л моль⁻¹ см⁻¹. Чисельно він дорівнює оптичній густині розчину з концентрацією 1 моль/л при товщині поглинаючого шару 1 см. Значення ε для багатьох речовин наводяться в довідковій літературі. C – концентрація світлопоглинаючих частинок у цьому середовищі; l – товщина (довжина) поглинаючого шару; e – основа натурального логарифму. Після відповідних перетворень закон Бугера-Ламберта-Бера виражається формулою, яка використовується в кількісному аналізі:

$$A = \varepsilon \cdot C \cdot l$$

де А (або D) – абсорбційність або оптична густина,

$$A = \lg I_0/I$$

Оптична густина А – безрозмірна величина. Крім оптичної густини А використовують також світлопропускання:

$$T = (I / I_0) \cdot 100 \%$$

яке пов'язане з оптичною густиною А виразом:

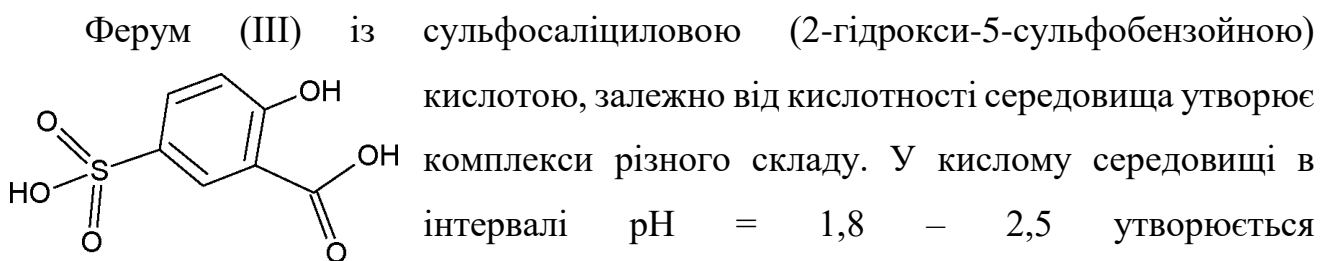
$$A = - \lg T$$

Основний закон світлопоглинання суворо справедливий для поглинання монохроматичного світлового потоку з постійною довжиною хвилі λ . До методів абсорбційного аналізу відносяться фотоколориметрія та спектрофотометрія.

Фотоколориметрія базується на вимірюванні інтенсивності поглинання у видимій ділянці спектру за допомогою фотоелементів немонохроматичного світлового потоку, що пройшов через аналізований розчин. Фотоколориметрія має досить високу чутливість, відтворюваність, простоту виконання і широко використовується в хімічному аналізі.

Спектрофотоколориметрія – метод, що базується на отриманні спектрів поглинання у видимій (В), ультрафіолетовій (УФ) та інфрачервоній (ІЧ) ділянках спектру електромагнітного випромінювання. Метод відрізняється універсальністю, високою чутливістю, можливістю аналізувати безбарвні, забарвлені розчини, тверді речовини. У спектрофотометрах монохроматори – дифракційні ґратки чи призми, які забезпечують високий рівень монохроматичності світла, що проходить через аналізоване середовище. Спектрофотометрія широко застосовується при аналізі та ідентифікації різних об'єктів неорганічної та органічної природи. Метод найчастіше використовується у фарманалізі та на відміну від фотоколориметрії дозволяє не тільки проводити вимірювання оптичної густини при строго певній довжині хвилі, але й отримувати спектри поглинання в широкому діапазоні хвиль.

Кількісний фотометричний аналіз проводять: а) за калібрувальним графіком; б) методом добавок; в) методом порівняння.



моноссульфосаліцилат феруму FeL^+ червоно-фіалкового кольору, при рН 4,0–8,0 домінуючим є комплексний аніон дисульфосаліцилату феруму FeL_2^{3-} , а в інтервалі рН=8,0–11,5 утворюється трисульфосаліцилат феруму FeL_3^{6-} жовтого кольору ($\lambda_{\text{макс}} = 416 \text{ нм}$, $\varepsilon = 5800$). Сульфосаліцилатні комплекси феруму використовують для роздільного визначення феруму (II) та феруму (III) при їх одночасній присутності: Ферум (III) - визначають в кислому середовищі у вигляді моноссульфосаліцилатного комплексу, а в лужному середовищі у вигляді трисульфосаліцилату визначають сумарний вміст Fe (II, III).

Трисульфосаліцилатний комплекс феруму (III) достатньо стійкий і дозволяє проводити визначення феруму в присутності цитрат-, тартрат-, ацетат-, борат-, фосфат - і флуорид- іонів, які використовують для маскування сторонніх іонів. Нижче приведена методика визначення феруму (III) у вигляді трисульфосаліцилатного комплексу за методом градуювального графіка.

Реактиви та інструменти. Сульфосаліцилова кислота, 10% розчин. Аміак, 10% розчин. Лимонна або винна кислота, 10% розчин. Стандартний розчин солі феруму, який містить 0,06 мг феруму в 1 мл. Наважку 0,5190 г. х.ч. не вивітрених галунів $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ розчиняють у воді, підкислюють 20 мл сульфатної кислоти (1:2) і доводять дистильованою водою до 1 л.

Фотоколориметр або спектрофотометр. Мірні колби місткістю 100 мл, піпетки, мірні циліндри, гумова груша.

Порядок виконання:

До досліджуваного розчину, що містить від 0,1 до 0,6 мг феруму, у мірній колбі на 100 мл добавляють 10 мл 10% розчину лимонної або винної кислоти, 10

мл 10% розчину сульфосаліцилової кислоти, перемішують, додають 10 мл 10% розчину аміаку (до отримання жовтого забарвлення), доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і через 5 хвилин вимірюють оптичну густину на фотоколориметрі або спектрофотометрі при 416 нм відносно холостого досліду, який містить всі добавлені реактиви крім феруму. Вміст феруму (мкг) знаходять за рівнянням градувального графіка, розрахованого за методом найменших квадратів за даними вимірювання стандартних розчинів солі феруму:

$$q_x = (A-a)/b$$

де A - середнє значення оптичної густини досліджуваного розчину; a і b - параметри рівняння лінійного градувального графіка (b - кутовий коефіцієнт).

Для приготування стандартних розчинів у мірні колби місткістю 100 мл вносять 1, 2, 4, 6, 8 та 10 мл основного стандартного розчину феруму, додають 10 мл 10% розчину лимонної або винної кислоти, 10 мл 10% розчину сульфосаліцилової кислоти, перемішують, після чого додають 10 мл 10% розчину аміаку, доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і через 5 хвилин вимірюють оптичну густину на фотоколориметрі або спектрофотометрі при 416 нм (фіолетовий чи синій світлофільтр) відносно фонового досліду. За одержаними даними будують градувальний графік і розраховують його параметри.

Тестові завдання для самоконтролю

1. Який діапазон довжин електромагнітних хвиль відноситься до оптичного діапазону:

- а) від 100 до 380 нм; в) від 760 до 10000 нм;
б) від 380 до 760 нм; г) від 100 до 10000 нм.

2. Який фактор не впливає на величину молярного коефіцієнта поглинання?

- а) температура;
б) довжина хвилі;
в) концентрація розчину;
г) природа речовини.

3. Залежність оптичної густини від концентрації речовини і товщини шару розчину описується:

- а) законом Релея;
- б) законом Стокса;
- в) законом Бугера-Ламберта-Бера;
- г) законом Снелліуса.

4. До методів, які засновані на вимірюванні поглинання речовиною світлового випромінювання відносяться:

- а) нефелометрія; в) полуменева фотометрія;
- б) флюориметрія; г) атомно-абсорбційні методи.

5. Який з наведених методів, заснований на візуальному порівнянні забарвлень розчинів різних концентрацій:

- а) фотоколориметрія; в) колориметрія;
- б) спектрофотометрія; г) полуменева фотометрія.

Лабораторна робота № 8

ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ НІТРАТІВ

Мета: Ознайомитись з потенціометричним методом аналізу та опанувати методику проведення аналізу вмісту нітратів.

Потенціометричний метод аналізу базується на вимірюванні електрорушійної сили (ЕРС) оборотних гальванічних елементів. Гальванічний елемент складається з двох електродів, індикаторного і електрода порівняння, занурених в один розчин (ланцюг без перенесення), або в два розрізняються за складом розчину, пов'язаних рідинним контактом (ланцюг з переносом). Електроди, що застосовуються в потенціометрії, повинні бути оборотними - їх потенціал повинен змінюватися зі зміною концентрації іонів у розчині відповідно до рівняння Нернста:

$$E = E_{\text{Ox/Red}}^0 + \frac{0,059}{n} \lg \frac{a_{\text{Ox}}}{a_{\text{Red}}},$$

де E – рівноважний потенціал; E^0 – стандартний потенціал, що дорівнює рівноважному, якщо активності всіх компонентів, що беруть участь в електрохімічній реакції, рівні одиниці; n – число електронів, що беруть участь у напівреакції.

Розрізняють пряму потенціометрію (іонометрію) – безпосереднє вимірювання рівноважного потенціалу та знаходження активності іонів у розчині, і непряму – потенціометричне титрування – реєстрацію зміни потенціалу в процесі хімічної реакції між визначальною речовиною і титрантом. Електрод, що реагує на зміну концентрації іона, що визначається в розчині і замінює індикатор в умовах звичайного титрування, називається індикаторним. Його потенціал визначається по відношенню до неполяризованого електрода, названого стандартним, потенціал якого в процесі титрування постійний і служить виключно для визначення потенціалу індикаторного електрода.

Визначення концентрації речовин методом градуювального графіка

За цим методом готують серію стандартних розчинів, кожен з яких містить відому концентрацію Z визначається речовини. Складають гальванічну ланцюг з індикаторного електрода та електрода порівняння та вимірюють ЕРС або рН всіх приготованих еталонних розчинів, залежно від поставленого завдання. За отриманими даними будують градуювальний графік в координатах ЕРС - C або рН - C . Потім у тих же умовах вимірюють ЕРС ланцюга з аналізованим розчином і за градуювальним графіком знаходять концентрацію $C(x)$.

Сутність методу полягає у вилученні нітратів із аналізованого матеріалу розчином алюмокалієвих галунів і наступним визначенням концентрації нітратів в одержаній витяжці за допомогою іонселективного електроду. Метод використовують тільки в тому випадку, коли вміст хлоридів в досліджуваному матеріалі не перевищує вміст нітратів більше, ніж в 50 разів. Якщо аналізують рослинну продукцію, яка містить значні кількості хлоридів (продукти переробки плодів і овочів) використовують фотометричний метод визначення нітратів, який базується на їх

відновленні до нітритів на кадмієвій колонці і визначенні нітритів по реакції з реактивом Г рїсса.

Чутливість іонометричного визначення нітратів складає 30 мг/кг, а сумарна похибка методу оцінюється по коефіцієнту варіації і складає $\pm 12\%$.

Порядок виконання:

Підготовка проби.

Відбір проб проводять поштучно. Якщо продукти складені в кілька шарів, то з кожного шару відбирають пробу. Із загальної проби, для підготовки до аналізу виділяють пробу для аналізу вагою не менше 0,25 кг.

Проби для аналізу, які відібрані, подрібнюють за допомогою терки або гомогенізатора до одержання однорідної маси. Зелені культури попередньо подрібнюють ножицями або ножом до розміру частин 0,5-1 см. Подрібнену пробу ретельно перемішують і використовують для аналізу.

Приготування розчину алюмокалієвих галунів 1% (екстрагуючий розчин).

10 г алюмокалієвих галунів зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять в мірну колбу на 1000 мл, розчиняють в дистильованій воді і доводять об'єм розчину до мітки.

Приготування розчину калію нітрату концентрацією 0,1 моль/л.

10,11 г калію нітрату, який попередньо висушений при температурі 100–110°C до постійної маси, зважують з точністю до другого десяткового знаку, переносять в мірну колбу на 1000 мл, розчиняють в екстрагуючому розчині і доводять об'єм до мітки екстрагуючим розчином. Розчин може зберігатись не більше 1 року. При появі каламуті або осаду готують новий розчин.

Приготування розчинів порівняння калію нітрату.

Розчини порівняння калію нітрату готують із 0,1 М розчину в день проведення аналізу, використовуючи для розведення той же розчин алюмокалієвих галунів, який використовують для аналізу.

Підготовка електродів до роботи.

Мембранний іоноселективний нітратний електрод та хлорсрібний електрод порівняння готують до роботи у відповідності з інструкціями до електродів. В проміжки між проведенням випробувань мембранний іоноселективний електрод занурюють в дистильовану воду, а якщо перерва між випробуваннями більше доби, електрод зберігають в розчині азотнокислого калію з концентрацією 0,1 моль/л. При тривалих перервах між дослідженнями (5 діб і більше) електрод зберігають на повітрі. В обох випадках перед початком вимірювань електрод витримують в дистильованій воді не менше 10 хвилин.

Хлоридсрібний електрод порівняння в перервах між випробуваннями зберігають в дистильованій воді.

Проведення випробувань.

10,0 г подрібненого матеріалу зважують з точністю до першого десяткового знаку, переносять в стакан гомогенізатора, додають 50 см³ розчину алюмокалієвих галунів з масовою долею 1% і гомогенізують протягом 1 хвилини. При відсутності гомогенізатора використовують мішалку (тривалість перемішування 3 хвилини). В одержаній суспензії визначають концентрацію нітрат-іонів.

Визначення концентрації нітрат-іонів.

Вимірювання концентрації нітрат-іонів проводять в одиницях $p\text{CNO}_3^-$ по шкалі приладу. При безпосередньому вимірюванні $p\text{CNO}_3^-$ прилад щоденно настроюють в режимі “pX” у відповідності з інструкцією заводу-виготовлювача по розчинам порівняння з $p\text{CNO}_3^-$, які рівні 4 і 2. Розчин порівняння з $p\text{CNO}_3^- = 3$ використовують для контролю показів. Відхилення значення $p\text{CNO}_3^-$ від номінальних значень $p\text{CNO}_3^-$ розчинів порівняння не повинні перевищувати 0,02 одиниці $p\text{CNO}_3^-$.

Після градування приладу електроди ретельно промивають дистильованою водою, витирають фільтрувальним папером і занурюють в досліджувану пробу. Покази приладу фіксують не раніше, ніж через хвилину

після припинення дрейфу показів приладу. При переході від однієї проби до іншої, електроди промивають дистильованою водою і витирають фільтрувальним

папером. Температура досліджуваних проб і розчинів порівняння повинна бути однаковою.

Обробка результатів аналізу.

Якщо для аналізу використовували наважку подрібненої проби, то масову концентрацію нітратів в досліджуваному матеріалі (X) в мг/кг визначають за формулою:

$$X = \frac{\left(V + \frac{\omega \times H}{100 \times l} \right) \times 10^{-pC} \text{NO}_3^- \times 62 \times 10^6}{1000 \times H}$$

62 – молярна маса нітрат- іону, г;

H – маса проби, яка взята для аналізу, г;

V – об'єм екстрагуючого розчину, мл;

10^{-pC}NO_3^- – концентрація нітрата у витяжці, моль/дм³;

1000 — коефіцієнт переведення мл в л ;

ω – масова частка води в пробі, %;

100 – коефіцієнт перерахунку % в частки одиниць;

l — густина води, г/мл;

10^6 — коефіцієнт перерахунку часток одиниць в мг/кг.

Якщо взяти до уваги, що V = 50 см, H = 10 г і провести відповідні скорочення та перетворення, формула для розрахунку набуває вигляду'

$$X = \left(50 + \frac{\omega}{10} \right) \times 10^{-pC} \text{NO}_3^- \times 6200.$$

Розрахунки можна провести, якщо використовувати таблиці переведення величин $pC\text{NO}_3^-$ в масову частку нітратів в аналізованому зразку. Таблиці складені з врахуванням вмісту вологи в різних рослинах.

Переведення значення $pC\text{NO}_3^-$ в масову частку нітратів в NO_3^- (мг/кг) при аналізі витяжки з картоплі, буряку столового, цибулі, винограду (Н:У = 1:5)

pCNO ₃ ⁻	Соті частки pCNO ₃ ⁻ (м.ч. нітратів, мг/кг)									
	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
1,6	9033	8827	8626	8430	8238	8050	7867	7688	7513	7342
1,7	7175	7012	6852	6696	6544	6395	6249	6107	5968	5832
1,8	5699	5570	5443	5319	5198	5079	4944	4851	4740	4633
1,9	4527	4424	4323	4225	4129	4035	3943	3853	3765	3680
2,0	3526	3514	3434	3356	3280	3205	3132	3061	2991	2985
2,1	2856	2791	2728	2668	2605	2546	2488	2431	2376	2327
2,2	2269	2217	2161	2107	2069	2022	1976	1931	1887	1844
2,3	1802	1761	1721	1682	1644	1606	1590	1584	1499	1465
2,4	1432	1399	1367	1336	1306	1276	1247	1218	1191	1164
2,5	1137	1111	1086	1061	1037	1013	990	968	946	924
2,6	903	883	863	843	824	805	787	769	751	734
2,7	717	701	685	670	654	639	625	611	597	583
2,8	570	557	544	532	520	508	496	485	474	463
2,9	453	442	432	422	413	403	394	385	377	368
3,0	360	351	343	336	328	320	313	306	299	292
3,1	286	279	273	267	261	255	249	243	238	232
3,2	227	222	217	212	207	202	198	193	189	184
3,3	180	176	172	168	164	161	157	153	150	146
3,4	143	140	137	134	131	128	125	122	119	116
3,5	114	111	109	106	104	101	99	97	95	92
3,6	90,3	88,3	86,3	84,3	82,4	80,5	78,7	76,9	75,1	73,4
3,7	71,7	70,1	68,5	67,0	65,4	63,9	62,5	61,1	59,7	58,3
3,8	57,0	55,7	54,4	53,2	52,0	50,8	49,6	48,5	47,4	46,3
3,9	45,3	44,2	43,2	42,2	41,3	40,3	39,4	38,5	37,7	36,8
4,0	36,0	35,1	34,3	33,6	32,8	32,0	31,3	30,6	29,9	29,2

Переведення значення pCNO₃⁻ в масову частку нітратів в NO₃⁻ (мг/кг) при аналізі витяжки з капусти, моркви, томатів, огірків, дині, кавунів, перцю, кабачків, зелених культур, яблук, груш (Н:У = 1:5)

pCNO ₃ ⁻	Соті частки pCNO ₃ ⁻ (м.ч. нітратів, мг/кг)									
	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
1,6	9188	8979	8775	8575	8380	8189	8003	7821	7643	7439
1,7	7299	7133	6970	6812	6656	6505	6357	6112	6071	5933
1,8	5798	5666	5537	5411	5287	5157	5049	4935	4822	4712
1,9	4605	4500	4398	4298	4200	4104	4011	3920	3830	3743
2,0	3658	3575	3493	3414	3336	3260	3183	3113	3043	2973
2,1	2906	2840	2775	2712	2650	2590	2531	2473	2417	2362
2,2	2308	2256	2204	2154	2105	2057	2010	1964	1920	1876
2,3	1833	1792	1751	1711	1672	1634	1597	1560	1525	1490
2,4	1456	1423	1391	1359	1328	1298	1268	1239	1211	1184
2,5	1157	1130	1105	1080	1055	1031	1007	985	962	940
2,6	919	898	877	858	838	819	800	782	764	747
2,7	730	719	697	681	666	650	636	621	607	593
2,8	580	567	554	541	529	517	505	493	482	471
2,9	461	450	440	430	420	410	401	392	383	374
3,0	366	357	349	341	334	326	319	311	304	297
3,1	291	284	279	272	265	259	253	247	242	236
3,2	231	226	220	215	210	206	201	196	192	183
3,3	183	179	175	171	167	163	160	156	152	149
3,4	146	142	139	136	133	130	127	124	121	118
3,5	116	113	110	108	105	103	100	98	96	94
3,6	91,9	89,8	87,7	85,8	83,8	81,9	80,0	78,2	76,4	74,7
3,7	73,0	71,3	69,7	68,1	66,6	65,0	63,6	62,1	60,7	59,3
3,8	58,0	56,7	55,4	54,1	52,9	51,7	50,5	49,3	48,2	47,1
3,9	46,1	45,0	44,0	43,0	42,0	41,0	40,1	39,2	38,3	37,4
4,0	36,6	35,7	34,9	34,1	33,4	32,6	31,9	31,1	30,4	29,7

Завдання для самоконтролю

1. Які електроди відносяться до електродів I та II роду? Наведіть приклади.
2. Які функції виконують індикаторні електроди та електроди порівняння? Наведіть вимоги, які до них висуваються.
3. В яких координатах будують криві потенціометричного титрування? Наведіть схематичне зображення цих кривих та поясніть чим обумовлений вибір координат.
4. На якому принципі засноване потенціометричне визначення рН розчину? Які індикаторні електроди застосовуються для визначення рН?
5. Визначте потенціал нікелового електроду в розчині, що містить 0,01 моль/л NiCl₂.

Лабораторна робота № 9

МЕТОДИ ДОБУВАННЯ ТА ОЧИЩЕННЯ КОЛОЇДНИХ РОЗЧИНІВ

Дисперсні системи – це гетерогенні фізико-хімічні системи, які складаються з двох або більше фаз. Одна з них звичайно переважає за своєю масою і називається *дисперсним середовищем*. Інша фаза (або кілька фаз) знаходиться в дисперсному (подрібненому) середовищі у вигляді дрібних часточок і називається *дисперсною фазою*.

За агрегатним станом дисперсного середовища розрізняють газодисперсні, рідкодисперсні та твердо дисперсні системи.

За інтенсивністю взаємодії між фазами дисперсні системи діляться на:

- *ліофільні дисперсні системи* – частинки дисперсної фази інтенсивно взаємодіють з молекулами оточуючого їх середовища, після випадіння в осад можуть бути переведені в розчин при додаванні розчинника;

- *ліофобні дисперсні системи* – частинки дисперсної фази слабо взаємодіють з оточуючим середовищем. Термодинамічно нестійкі. При розпаді проходить укрупнення частинок дисперсної фази, а після випадіння в осад такі системи не переводяться в розчин при додаванні розчинника.

За ступенем дисперсності (подрібненості) дисперсні системи діляться на:

- *грубодисперсні* (розміри частинок $>0,1$ мікрона);

- *колоїдні розчини* (розміри частинок $0,1$ мікрона - 1 мілімікрона);

- *істинні розчини* (розміри частинок <1 мілімікрона).

Одним з основних об'єктів вивчення колоїдної хімії є колоїдні системи. Вони поділяються на два види:

- *золі* – дисперсні системи, які характеризуються вільним переміщенням частинок дисперсної фази в дисперсному середовищі;

- *гелі (драглі)* – дисперсні системи, що мають рідке дисперсне середовище, де частинки дисперсної фази утворюють просторову структуру.

Основними методами одержання колоїдних розчинів є:

дисперсійні – тонке подрібнення твердих або рідких тіл в середовищі до розмірів колоїдних частинок. Якщо диспергують одну рідину а іншій –

емульгування; якщо диспергують тверде тіло або рідину в газі (повітрі) – розпилення.

конденсаційні – частинки дисперсної фази одержують у вигляді молекул, іонів або атомів, які, сполучаючись між собою, утворюють частинки колоїдної дисперсності.

Конденсаційні методи є:

а) ***фізичні*** – базуються на зміні фізичних умов існування системи:

- охолодження істинного розчину;

- метод заміни розчинника;

- метод конденсації парів.

б) ***хімічні*** - одержання колоїдних розчинів за допомогою хімічних реакцій:

- окиснення;

- відновлення;

- гідроліз;

- подвійний обмін.

пептизація – розщеплення агрегатів, які виникли при коагуляції дисперсних систем, на первинні частинки під впливом рідкого середовища і пептизаторів.

Колоїдні розчини, одержані різними методами, як правило, містять низькомолекулярні домішки. Тому виникає проблема їх очищення.

Існують такі методи очистки колоїдних розчинів:

діаліз – видалення низькомолекулярних домішок з колоїдних систем і розчинів високомолекулярних сполук шляхом дифузії через напівпроникливу перегородку.

ультрафільтрація – метод очищення колоїдних систем, який базується на продавлюванні через напівпроникливу мембрану, яка пропускає тільки низькомолекулярні речовини.

Білки, як високомолекулярні колоїдні речовини, не дифундують через отвори напівпроникливої мембрани.

Цю властивість білкових частинок покладено в основу очистки білків від низькомолекулярних органічних і мінеральних домішок.

Порядок виконання роботи

Дослід 1. Очистка білків методом діалізу

З розчином білка проводять біуретову реакцію. В колоїдний мішечок наливають 10-15 мл розчину білку і закріплюють його з допомогою дерев'яних затискачів в стакані з дистильованою водою так, щоб край мішечка виступав над поверхнею води (рисунок).

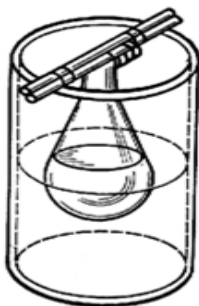


Рис. Найпростіший діалізатор

Через 40-60 хвилин із стакана беруть 2-3 мл води в пробірку і проводять реакцію з азотнокислим сріблом шляхом додавання 3-5 крапель його з метою виявлення іонів хлору.

В другу пробірку беруть 1-2 мл рідини із стакана і проводять біуретову реакцію, яка при правильному проведенні досліду повинна бути негативною. Воду в стакані можна міняти через кожні 15-20 хвилин до появи в розчині осаду глобулінів, який з'являється в результаті зниження концентрації хлориду натрію в мішечку. В розчині, бідному на солі, глобуліни випадають в осад.

Завдання для самостійної роботи

1. Що таке дисперсні системи, їх склад?
2. Класифікація дисперсних систем за ступенем дисперсності.
3. Основні методи одержання колоїдних розчинів.
4. Якими методами очищують колоїдні розчини?

5. Види диспергування. Прилади, які використовуються для примусового диспергування.

6. Фізичні методи конденсації.

7. Види пептизації.

8. Види діалізу.

Лабораторна робота №10

КОАГУЛЯЦІЯ ТА ЇЇ ВИДИ

Стійкість колоїдних розчинів порушується внаслідок процесу коагуляції. **Коагуляція** – злипання частинок колоїдної системи в результаті зіткнень, перемішування або направленого руху в електричному полі.

Коагуляція в різних розчинах проходить з різною швидкістю. Швидкість коагуляції визначається числом частинок дисперсної фази, які злипаються за одиницю часу в одиниці об'єму. Найбільша швидкість коагуляції спостерігається в ізоелектричній точці.

Коагуляція є *зворотня і незворотня*. **Незворотня коагуляція (денатурація)** – це така коагуляція, при якій речовина випадає в осад і втрачає всі свої властивості (хімічні, фізичні і біологічні).

Прикладом зворотної коагуляції є процеси висолювання. При висолюванні речовина випадає в осад, але не втрачає своїх властивостей.

Порядок виконання роботи

Дослід 1. Незворотна коагуляція органічного колоїду

Хід роботи. В три пробірки наливають по 1 мл розчину білку і додають рівні об'єми розчинів солей (Купрум, Меркурію, Аргентуму). Золь білка переходить в гель. В пробірки з осадженим білком додають 5 мл води і старанно перемішують. Осад білка при цьому не зникає, так як пройшло незворотне осадження колоїду.

III. Контрольні питання і завдання для самостійної роботи

1. Що таке коагуляція? Як визначають швидкість коагуляції?
2. Яка коагуляція називається незворотньою? Які фактори її викликають?
3. Що таке зворотня коагуляція?
4. Значення процесу коагуляції для тваринного організму.
5. Стійкість дисперсних систем. Причини коагуляції.
6. Види та кінетика коагуляції.
7. Перезарядка золів. Коагуляція сумішами електролітів.
8. Взаємна коагуляція та її значення.

Лабораторна робота №11

ФОТОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ШКІДЛИВИХ

ДОМІШОК В ГОРІЛКАХ.

Методи визначення альдегідів, сивушних масел, метилового спирту і складних ефірів у горілках ґрунтуються на фотоколориметричному вимірюванні інтенсивності забарвлень, що утворюються в результаті реакцій вказаних домішок із специфічними реактивами. За інтенсивністю забарвлення роблять висновок про масову концентрацію вказаних домішок.

Методи визначення масової частки концентрації альдегідів.

Метод ґрунтується на фотоколориметричному вимірюванні оптичної густини визначуваного розчину після реакції присутніх у горілці альдегідів з пірогалолом А в сульфатнокислому середовищі.

Підготовка до аналізу.

Водно-етанольна суміш (отримана шляхом прямого перегону горілок) ~ (40±0,2%). Одержання водно-етанольної суміші необхідно для усунення впливу цукру, меду або інших інгредієнтів, які можуть бути присутні в горілці.

Приготування водного розчину пірогалолу А з масовою часткою 0,1%.

Наважку пірогалолу А масою ($0,1 \pm 0,005$ г) розчиняють при перемішуванні в дистильованій воді у мірній колбі на 100 мл на киплячій водяній бані, охолоджують до температури 20°C , доводять об'єм отриманого розчину до мітки дистильованою водою і перемішують. В разі необхідності розчин фільтрують.

Розчин пірогалолу А використовують свіжоприготовлений.

Проведення аналізу.

В градуйовану пробірку з притертим корком додають $2,0\text{ см}^3$ концентрованої сульфатної кислоти, тоді обережно по стінці пробірки приливають $5,0\text{ см}$ досліджуваної горілки (водно-етанольна суміш) і $1,5\text{ см}$ водного розчину пірогалолу А, закривають корком, вміст перемішують і витримують в киплячій водяній бані протягом 5 хвилин. Тоді пробірку поміщають в проточну холодну воду і охолоджують до кімнатної температури.

В результаті проведення реакції утворюється комплексна сполука світло-жовтого кольору, інтенсивність забарвлення якої вимірюють на фотоелектроколориметрі в кюветах з товщиною поглинаючого шару 10 мм при світлофільтрі з довжиною хвилі 440 нм в порівнянні з дистильованою водою.

Обробка результатів.

Отримані після фоториметрування результати не повинні перевищувати гранично допустимих значення оптичних густин, встановлених для кожного виду горілок зазначених у табл.:

Назва горілки	м.ч. альдегідів у перерахунку на ацетатний в 1 дм^3 спирту, мг	Гранично допустимі значення оптичних густин, не більше
Горілки виготовлені із спирту "Люкс"	2	0,160
Горілки виготовлені із спирту "Екстра"	3	0,210
Горілки виготовлені із спирту "Вищої очистки"	8	0,450
Горілка "Посольська"	6	0,230

Перевищення вказаних меж оптичних густин свідчить про наявність поверх нормативної кількості альдегідів.

Масову частку альдегідів у досліджуваних горілках розраховують за формулою:

$$C_{ал.} = 21,21 \times A - 1,30 \text{ (мг/дм}^3 \text{ безводного спирту)}$$

21,21 і 1,30 – сталі коефіцієнти, одержані експериментально, А – оптична густина.

За кінцевий результат вимірювань приймають середнє арифметичне результатів 2-х паралельних вимірювань. Розходження між вимірами і середнім арифметичним значенням не повинно перевищувати 5,0 % (відносних).

Метод визначення масової концентрації складних ефірів в горілках.

Метод базується на фотоколориметричному вимірюванні інтенсивності забарвлення, отриманого після взаємодії феруму(III) хлориду з гідроксамовою кислотою, яка утворюється в результаті взаємодії складних ефірів горілки з гідроксиламіном в лужному середовищі.

Підготовка до аналізу.

Водно-етанольна суміш (отримана шляхом прямого перегону горілок) ~ (40±0,2%). Одержання водно-етанольної суміші необхідно для усунення впливу цукру, меду або інших інгредієнтів, які можуть бути присутні в горілці.

Гідроксиламін солянокислий, 2 моль/дм³.

FeCl₃·6H₂O, 0,37 моль/дм³.

HCl, 4 моль/дм³.

NaOH, 3,5 моль/дм³.

Приготування розчину реакційної суміші.

Безпосередньо перед аналізом готують розчин реакційної суміші шляхом змішування рівних об'ємів розчинів гідроксиламіну і натрію гідроксиду враховуючи, що на проведення аналізу одного зразка досліджуваної горілки витрачається 24 мл суміші. Отриманий розчин перемішують і використовують для аналізу не більш як протягом 6 годин.

Проведення аналізу.

Для проведення аналізу необхідно приготувати досліджувані розчини А і Б. Для цього в дві конічні колби вносять по 6 см³ реакційної суміші. Після цього в одну з колб (розчин Б) приливають 3 см³ розчину НСІ і перемішують протягом 1 хвилини. Вміст колби без НСІ – розчин А.

В обидві колби додають по 18 мл досліджуваної горілки, одночасно перемішуючи круговими рухами протягом 2 хвилин.

В колбу з розчином А додають 3 см розчину НСІ і перемішують протягом хвилини.

В обидві колби додають по 3 мл розчину феруму(ІІІ) хлориду і одночасно перемішують вміст колб протягом хвилини.

Інтенсивність утвореного забарвлення досліджуваного розчину А вимірюють в порівнянні з розчином Б на фотоелектроколориметрі при довжині хвилі $\lambda=540$ нм в кюветах з товщиною поглинаючого шару 50 мм.

Масову концентрацію складних ефірів в горілці, що містить цукри з вільним глюкозидним гідроксилем (глюкоза, лактоза тощо), визначають тільки в дистиляті після попередньої її відгонки.

Обробка результатів.

Отримані значення оптичної густини використовують для визначення кількості складних ефірів в горілці.

Масову концентрацію складних ефірів C_{ef} в горілці, мг/л безводного спирту розраховують за формулою:

$$C_{ef} = \frac{A \times 100}{0,0256 \times c}$$

A – оптична густина; 0,0256 – постійний коефіцієнт, отриманий експериментально; c – міцність горілки, %.

Як кінцевий результат виміру приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірів. Розбіжність між кожним виміром і середнім арифметичним значенням не повинна перевищувати 5% середнього значення

Згідно ГОСТ № 12712-90 вміст складних ефірів в горілках (в мг/л) не повинен перевищувати таких значень:

для горілок, що виготовлені із спирту “Люкс” – 18 мг/дм

для горілок, що виготовлені із спирту “Екстра” – 25 мг/дм³

для горілок, що виготовлені із спирту “Вищої очистки” – 30 мг/дм³

Лабораторна робота №12

ВИЗНАЧЕННЯ ФЕНОЛУ В КОВБАСАХ

Феноли беруть участь у формуванні смаку та ароматичних властивостей копчених продуктів. При копченні відбувається поглинання фенолу та їхнє накопичення в продуктах. Феноли добре розчиняються в жирах. Накопичення фенолів у копченій продукції слід звести до мінімуму, оскільки їхній високий вміст небезпечний для здоров'я людини.

Визначення ґрунтується на одержанні нітрозосполук, коли фенол взаємодіє з нітритом натрію. Нітрузо-комплекс утворюється з надлишком аміаку. Продукти реакції, забарвлені в жовтий колір, визначаються фотометричним методом.

Прилади та реактиви:

Фотоелектрокориметр КФК-2 або ФЕК-56. Кювета з товщиною поглинаючого шару 3 см. Технічні ваги 3 -го класу точності. Віброзмішувач. Вимірювані колби з ємністю 50 см³ - 5 шт. Вимірюваний циліндр з ємністю 150 см³. Градуировані піпетки на 1,5 та 10 см³. Стандартний фенольний розчин з концентрацією 1000 мг/мл. Розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1000 моль/л. Розчин сірчаної кислоти з масовою часткою 25,0 %. Розчин сульфату цинку з масовою часткою 0,45 %. Розчин нітриту натрію з масовою часткою 0,05 %. Розчин аміаку з масовою часткою 10,0 %. Фільтр-папір "Блакитна стрічка".

Побудова градуувального графіка.

В мірні колби на 50 мл відбирають піпеткою 2,50; 5,00; 7,50 та 10,00 см³ стандартного розчину фенолу і доводять до мітки з дистильованою водою. В пробірки поміщають по 5,00 см³ підготовлених фенольних розчинів, додають 1,00

см³ розчину NaOH, 0,25 см³ розчину H₂SO₄ та 2,50 см³ розчину NaNO₂. Вміст пробірок перемішують скляною паличкою, нагрівають на водяній бані при температурі кипіння, охолоджують на повітрі і додають до кожної пробірки 5,00 см³ розчину NH₄OH. Розчини, забарвлені в жовтий колір, ретельно перемішують і через 15 хвилин вимірюють оптичну густина при $\lambda = 400$ нм. Розчин порівняння містить усі компоненти, крім фенолу. Вимірювання проводять 2-3 рази. Середні значення оптичної густини записуються в таблиці, а калібрувальний графік будують у координатах $A = f(C)$.

Концентрація фенолу в отриманих стандартних розчинах ($C_{ст}$, мг/см³) обчислюють за формулою:

$$C_{вих} V_{вих} = C_{ст} V_{ст}$$

Аналіз копченої ковбаси.

В конічну колбу поміщають ($15 \pm 0,01$) г подрібненої копченої ковбаси. Додають 50 см³ дистильованої води, закривають колбу пробкою і струшують на вібраційному змішувачі протягом 15 хвилин. Вміст колби фільтрують, фільтрат поміщають у мірну колбу і доводять до мітки дистильованою водою. Для осадження білків 10,00 см³ отриманого розчину переносять у пробірку, додають 4,00 см³ розчину сульфату цинку, 1,00 см³ розчину NaOH, витримують 5 хвилин на водяній бані і фільтрують. У пробірку поміщають 5,00 см³ фільтрата, додають 0,25 см³ розчину H₂SO₄ та 2,50 см³ розчину NaNO₂. Вміст пробірки перемішують скляною паличкою, нагрівають на водяній бані при температурі кипіння, охолоджують на повітрі і додають 5 см³ розчину NH₄OH. Оптична густина розчину, забарвленого в жовтий колір, вимірюється в умовах, прийнятих під час побудови калібрувального графіку. Концентрацію фенолу в зразку знаходять за градувальним графіком.

Вміст фенолу обчислюється за формулою:

$$\omega = \frac{c_x \cdot V \cdot 100}{m}$$

де C_x – концентрація фенолу у водній витяжці, знайдена відповідно до калібрувального графіку, $\text{мг}/\text{см}^3$; m – маса наважки аналізованого продукту, г; V – вміст мірної колби, см^3 .

Лабораторна робота №13

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ТИТРОВАНИХ КИСЛОТ В ВИНАХ ТА ВИНОМАТЕРІАЛАХ.

Метод базується на титруванні певного об'єму вина, виноматеріалів розчином лугу до одержання нейтральної реакції, яку встановлюють за допомогою потенціометра.

У процесі потенціометричного титрування концентрація реагуючих речовин або іонів весь час змінюється, що тягне за собою зміну рівноважного потенціалу електрода. Якщо обчислити його значення E_x за рівнянням Нернста відповідно до різних моментів титрування і побудувати графік в координатах $E_x - V_{\text{мл}}$, де $V_{\text{мл}}$ – об'єм доданого робочого розчину, то вийде крива титрування з різким стрибком потенціалу електрода. Вертикальна ділянка кривої чітко вказує на точку еквівалентності (рис.). За кривими потенціометричного титрування визначають об'єм витраченого титранта $V(\text{TE})$ у точці еквівалентності, яку знаходять на кривих титрування наступним чином: для знаходження $V(\text{TE})$ по інтегральній кривій потенціометричного титрування проводять дотичні до кривої, як показано на рис. і визначають положення TE - середню точку між дотичними. Цією TE відповідає значення $V(\text{TE})$ на осі абсцис.

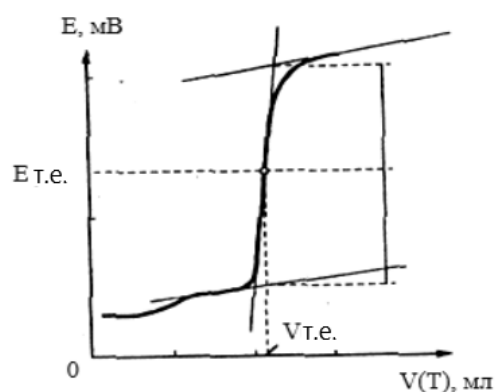


Рис. Графічне визначення точки еквівалентності на інтегральній кривій
потенціометричного титрування

Порядок виконання:

Підготовка до аналізу та приготування розчинів.

Видалення діоксиду карбону.

Якщо вина газовані, то для видалення з них діоксиду карбону біля 50 мл вина збовтують протягом 1–2 хвилин в колбі на 1000 мл , під вакуумом, який створюють вакуумним насосом. Видалення діоксиду карбону із тихих вин та виноматеріалів можна проводити шляхом нагрівання. Для цього в конічну

колбу відміряють 10,0 мл вина або виноматеріалів, додають 25,0 мл дистильованої води і доводять до кипіння.

Приготування стандартного розчину гідроксиду натрію або калію концентрацією 0,1 моль/дм .

Розчин готують із стандарт-титру, шляхом перенесення вмісту ампули в колбу на 1000 мл і доведення об'єму до мітки дистильованою водою.

Проведення аналізу.

Потенціометр калібрують згідно інструкції. В стакан відміряють 10,0 мл вина або виноматеріалу, із яких видалено діоксид карбону, додають 10,0 мл свіжокипяченої охолодженої дистильованої води і титрують розчином гідроксиду калію або натрію з концентрацією 0,1 моль/л , спостерігаючи за показами потенціометра. Титрування закінчують при рН 7,0.

Обробка результатів.

Масову концентрацію титрованих кислот (X) виражають в г/л в перерахунку на яблучну кислоту для плодово-ягідних вин, і на винну – для виноградних, за формулою:

$$X = \frac{V \times K \times 1000}{10}$$

V – об'єм розчину лугу з концентрацією 0,1 моль/дм , який витрачений на титрування 10,0 мл вина або виноматеріалів, мл ;

K – маса кислоти, г. яка відповідає 1 мл розчину лугу з концентрацією 0,1 моль/л і рівна для винної кислоти 0,0075, для яблучної — 0,0067;

1000 – коефіцієнт перерахунку результатів на 1 л ;

10 – об'єм досліджуваного вина або виноматеріалів, який взятий для титрування, мл.

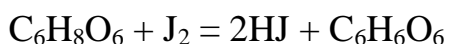
За кінцевий результат приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень, допустима абсолютна розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,10 г/л . Результати паралельних випробувань округлюють до другого знаку після коми, а кінцевий результат – до першого десяткового знаку.

В залежності від сортів вин, середній вміст титрованих кислот в них регламентується в межах 3,0 – 7,0 г/дм

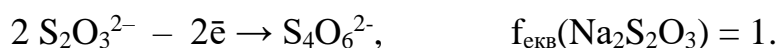
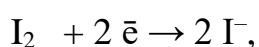
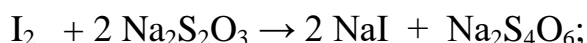
Лабораторна робота № 14

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ В СОКАХ.

Метод базується на йодометричному визначенні. Для визначення вмісту аскорбінової кислоти використовують метод зворотного титрування:



Надлишок йоду, який не прореагував титрують розчином тіосульфату натрію:



Молярна маса еквівалента аскорбінової кислоти, відповідно з наведеними рівняннями рівна $M(1/2 \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)$, тобто 88 г/моль.

Проведення аналізу.

В конічну колбу на 250 мл наливають 40,0 см фруктового соку, підкислюють 4 мл 6М розчину H_2SO_4 і додають 20,0 мл 0,02 н розчину йоду. Колбу закривають годинниковим склом, залишають в темноті на 3-5 хвилин і потім титрують надлишок йоду 0,02 н розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, використовуючи в якості індикатору

крохмаль. Титрування проводять до зникнення синього забарвлення. Індикатор додають перед кінцем титрування.

В створених умовах інші відновники, наприклад, глюкоза, не реагують з йодом і не заважають визначенню аскорбінової кислоти.

Проведення розрахунків.

За результатами титрування розраховують вміст аскорбінової кислоти в г на 100 мл соку:

$$m = \frac{C_{1/2 J_2} \times V_{J_2} - C_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{100} \times M_{1/2 C_6H_8O_6} \times \frac{100}{V_c}$$

C_{J_2} – молярна концентрація еквівалента розчину йоду, моль/дм³;

V_{J_2} – об'єм розчину йоду, прилитий до випробувального розчину соку, см³ (в даному випадку – 20 см³);

$C_{Na_2S_2O_3}$, $V_{Na_2S_2O_3}$ – концентрація і об'єм розчину тіосульфату натрію, витрачений на титрування надлишку йоду, мл;

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

V_c – об'єм соку, взятий для аналізу (в даному випадку 40 мл).

Лабораторна робота № 15

ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ МОЛОКА МЕТОДОМ ПРОТОЛІТОМЕТРІЇ

Визначення ґрунтується на алкаліметричному титруванні кислих солей, що містяться в молоці. Кислотність молока та молочних продуктах виражається в градусах Тернера, що показують число см³ розчину гідроксиду натрію з концентрацією 0,1 моль/дм³, необхідних для нейтралізації 100 см³ молока або 100 г молочного продукту.

Посуд та реактиви

Бюретка місткістю 25 см³. Мірна піпетка місткістю 10 см³. Мірний циліндр місткістю 20 см³. Конічна колба для титрування місткістю 100 см³. Хімічна

склянка місткістю 100 см^3 . Титрований розчин гідроксиду натрію з концентрацією $0,1000 \text{ моль/дм}^3$. Спиртовий розчин фенолфталеїну з масовою часткою $1,0 \%$.

Порядок виконання роботи

Бюретку заповнюють титрованим розчином гідроксиду натрію. У колбу для титрування піпеткою поміщають 10,00 см³ молока, додають 20 см³ дистильованої води та 2-3 краплі розчину індикатора. Попередньо виконують орієнтовне титрування, додаючи титрант порціями 1,0 см³. Фіксують появу рожевого забарвлення, стійкого протягом 30 с. Вимірюють об'єм титранта з точністю до 1,0 см³. Точне титрування виконують щонайменше три рази, приливаючи титрант поблизу точки еквівалентності краплями. Вимірюють об'єм титранта по бюретці з точністю до 0,05 см³. Обчислюють середній об'єм титранта, витрачений на титрування.

Розрахунок

Кислотність молока (К, °Т) розраховують за формулою:

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

де V(NaOH) — об'єм титранта, витрачений на титрування, см³; 10 - коефіцієнт перерахунку, що враховує обсяг титранту при аналізі 100 см³ молока, Кислотність молока не має перевищувати 21°Т, молока для дитячих закладів – 19 °Т.

Лабораторна робота № 16

ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ МОЛОКА МЕТОДОМ ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ

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

Прилади, посуд та реактиви.

Установка для потенціометричного титрування зі скляним та хлоридсрібним електродами. Хімічна склянка місткістю 50 см³. Бюретка місткістю 25 см³. Мірна піпетка місткістю 10 см³. Мірний циліндр місткістю 25 см³. Титрований розчин гідроксиду натрію з концентрацією 0,1000 моль/дм³.

Порядок виконання роботи

В електролітичну комірку піпеткою поміщають 10,00 см³ молочного продукту, додають 20 см³ дистильованої води, занурюють електроди і титрують при постійному перемішуванні розчину до різкої зміни рН з наступною незначною зміною аналітичного сигналу. За результатами титрування будують інтегральну $pH = f(V)$ та диференціальну $\Delta pH/\Delta V = f(V)$ криві титрування. За диференціальною кривою знаходять витрачений об'єм титранта.

Розрахунки. Кислотність молока, кефіру, йогурту, вершків (К, °Т) розраховують за формулою:

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

де $V(\text{NaOH})$ – об'єм титранта, витрачений на титрування, см³; 10 - коефіцієнт перерахунку на 100 см³ молочного продукту.

Лабораторна робота №17

ВУГЛЕВОДИ

Вуглеводи (глюциди, гліциди, цукри) – органічні речовини, молекули яких найчастіше складаються з трьох хімічних елементів – Карбону, Оксигену і Гідрогену. Загальна формула – $C_n(H_2O)_m$.

Вуглеводи дуже поширені в природі. Вони становлять 80-90% сухої маси рослин і 1-2% - організму тварин. За своєю будовою є багатоатомними альдегідо- і кетоспиртами.

Розрізняють *прості і складні вуглеводи*. *Прості вуглеводи* називають моносахаридами, або монозами. Як правило, вони мають нерозгалужений карбоновий ланцюг, декілька спиртових груп, одну альдегідну або кетонну групи.

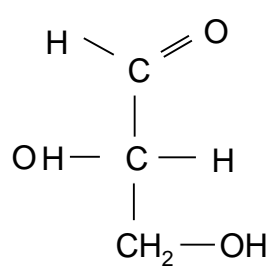
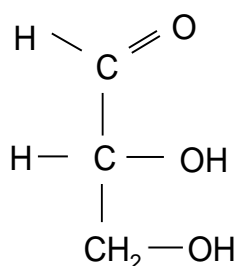
Складні вуглеводи (полісахариди) поділяють на оліго- і власне полісахариди. *Олігосахариди* (від грец. *olligos* – небагато) – вуглеводи, молекула яких складається з 2-10 моносахаридних залишків. За кількістю залишків розрізняють ди-, три-, тетра-, пента-, гекса-, гепта-, окта-, нона- і декасахариди. Найбільше значення мають дисахариди.

Полісахариди (від грецького *polyx* – багаточисельний) поділяють на *гомо- і гетерополісахариди*. Молекула полісахаридів містить від 11 до кількох тисяч залишків моносахаридів. При гідролізі молекула гомо- полісахариду розщеплюється на молекули одного з видів моносахаридів (крохмаль – до глюкози, інулін – до фруктози). Молекула гетеро- полісахаридів при гідролізі дає, крім моносахаридів (найчастіше гексоз і пентоз), інші прості речовини – аміноцукри (глюкозамін і галактозамін), уронові кислоти (глюкуронову і галактурунову), мінеральні кислоти (сульфатну, ортофосфатну) тощо.

Моносахариди (грец. *monos* – один) – найпростіші вуглеводи, молекули яких не здатні розщеплюватися при гідролізі на простіші речовини.

Класифікація. Залежно від кількості атомів Карбону розрізняють: тріози ($C_3H_6O_3$), тетрози ($C_4H_8O_4$), пентози ($C_5H_{10}O_5$), гексози ($C_6H_{12}O_6$), гептози ($C_7H_{14}O_7$), октози ($C_8H_{16}O_8$), нонози ($C_9H_{18}O_9$) і декози ($C_{10}H_{20}O_{10}$). Найцінніші пентози і гексози. В залежності від наявності альдегідної або кетонної групи: альдегідоспирти і кетоспирти.

Найпростішим із моносахаридів є гліцериновий альдегід. Він містить один асиметричний атом Карбону (атом, що з'єднаний з чотирма різними радикалами), за рахунок чого володіє поворотною, або стереоізомерією, яка призводить до повороту поляризованого світла вправо або вліво при проходженні крізь його розчин.



D (+) -гліцериновий альдегід

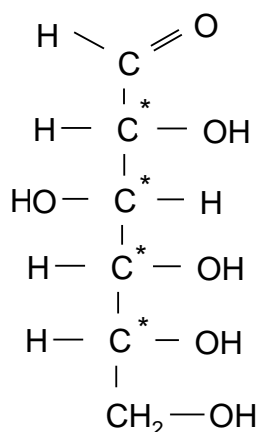
L (□) -гліцериновий альдегід

Значок «+» означає поворот світла вправо, значок «□» □ поворот світла вліво. Такі різновиди сполук називають оптичними антиподами, або херальними молекулами (херос (лат) □ рука).

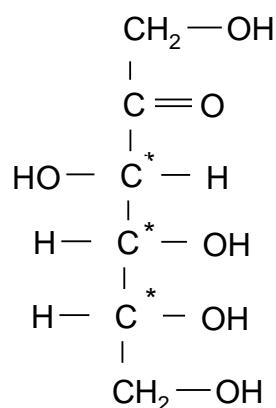
Гліцериновий альдегід містить один асиметричний атом Карбону, а отже, може існувати у вигляді двох стереоізомерів – **енантиомерів**.

Виходячи із розміщення в нижньому фрагменті гліцеринового альдегіду гідроксильної групи зліва чи справа всі інші моносахариди ділять на D, L- ряд.

Із збільшенням числа асиметричних атомів Карбону зростає і число стереоізомерів N, яке визначається за **формулою Фішера** $N=2^n$, де n – число асиметричних атомів Карбону. Так, для гексоз, з яких найбільш поширеними є глюкоза і фруктоза, число стереоізомерів виходить з того, що у глюкози є чотири асиметричних атоми Карбону і $N=2^4=16$, а у фруктози три асиметричних атоми Карбону: $N=2^3=8$

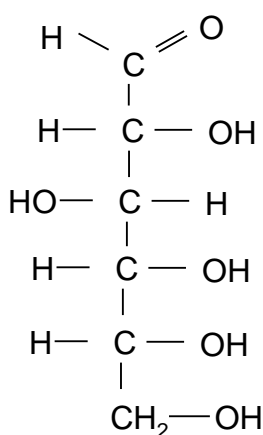


D (+) – глюкоза

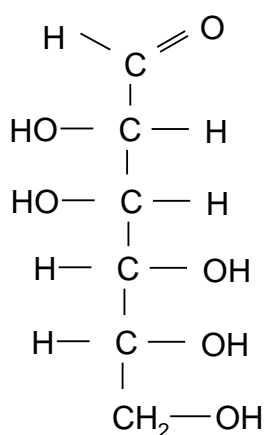


D (+) – фруктоза

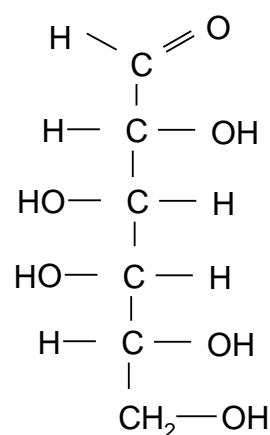
Сполуки, що відрізняються конфігурацією біля першого після карбонільної групи асиметричного атома Карбону називають епімерами. Такими є D – глюкоза, D – маноза і D – галактоза, що найбільше зустрічаються у природі.



D – глюкоза



D – маноза



D – галактоза

Зображені карбонільні формули називають **проекційними формулами Фішера** (1890).

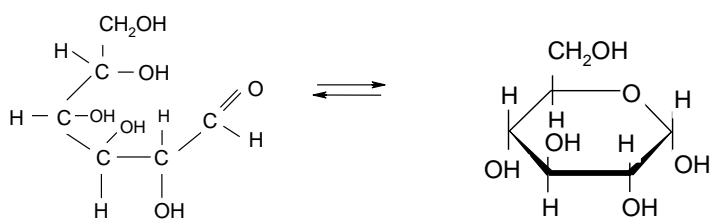
Для моносахаридів характерні дві форми – відкрита, або ланцюгова, і циклічна, або напівацетальна. Перша форма має вільну альдегідну або кетонну групу, друга – таких груп не має. У водному розчині відкрита і циклічна форма моносахаридів знаходяться у рівновазі. В кристалічному стані моносахариди мають будову внутрішніх циклічних напівацеталів (переважно шестичленних).

Циклічні форми моносахаридів називаються піранозними або фуранозними (аналогічно шестичленним і п'ятичленним кисневим гетероциклам), або глюкопіранозними і глюкофуранозними (відповідно фруктопіранозними і фруктофуранозними).

Циклічна напівацетальна форма моносахариду утворюється при переході атома Гідрогену до гідроксилу, що належить п'ятому (C₅) або четвертому (C₄) атому Карбону в глюкозі, шостому (C₆) або п'ятому (C₅) в фруктозі, до атома Оксигену карбонільної групи. Такому переходу сприяє поляризованість карбонільної групи і близькість розміщення до неї гідроксилу у ввігнутому в просторі карбоновому ланцюзі молекули моносахариду.

В кристалічному стані карбонільна група не проявляється, натомість особливо активною є одна гідроксильна група. Це привело до зображення **циклічних або напівацетальних формул Коллі-Толленса**.

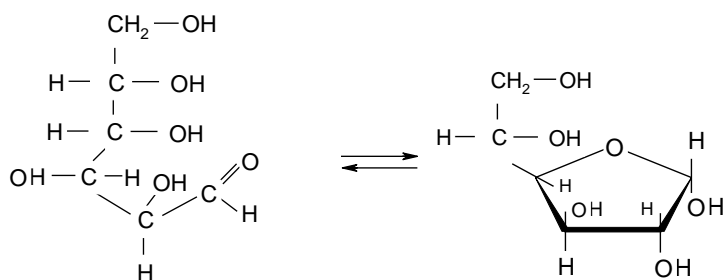
Зображений цикл глюкози називають *глюкопіранозою*.



D(+) глюкоза

α-D(+) глюкопіраноза

Іноді цикл може замикатися між четвертим і першим атомом Карбону. Утворений п'ятичленний цикл називають фуранозою:



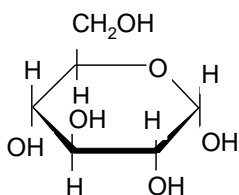
D(+) глюкоза

α -*D(+)* глюкофураноза

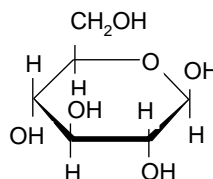
Найчастіше фуранозний цикл утворює фруктоза та рибоза.

Утворений із карбонільної групи гідроксил є особливо активний і називається *напівацетальним* або *глюкозидним гідроксилом*. Він обов'язково приймає участь в утворенні ди-, оліго- і полісахаридів. Причому у глюкози гідроксил розміщується біля C_1 , а у фруктози – біля C_2 .

Утворений напівацетальний гідроксил може знаходитися праворуч (записується внизу, що має назву β -форми, або ліворуч записується вверху і називається α формою).



α -*D(+)* глюкопіраноза



β -*D(+)* глюкопіраноза

Форма моносахариду визначає багато з його хімічних властивостей. Наприклад, глюкоза у відкритій формі вступає у всі хімічні реакції, що характерні для альдегідів. Для циклічної форми більш виражені властивості багатоатомних спиртів, оскільки внаслідок циклізації виникла ще одна спиртова група.

Для вуглеводів характерне явище мутаротації – зміни питомого обертання розчину моносахариду під час стояння.

Природні джерела і способи одержання. Найчастіше моносахариди з природної сировини одержують гідролізом складних вуглеводів, особливо олігосахаридів і полісахаридів, зрідка – дубильних речовин типу таніну, глікозидів, глікопротеїдів і нуклеопропротеїдів.

Найпоширенішим способом одержання моносахаридів є промисловий гідроліз складних вуглеводів (ферментативний або кислотний):

[H⁺], ферменти



крохмаль

глюкоза

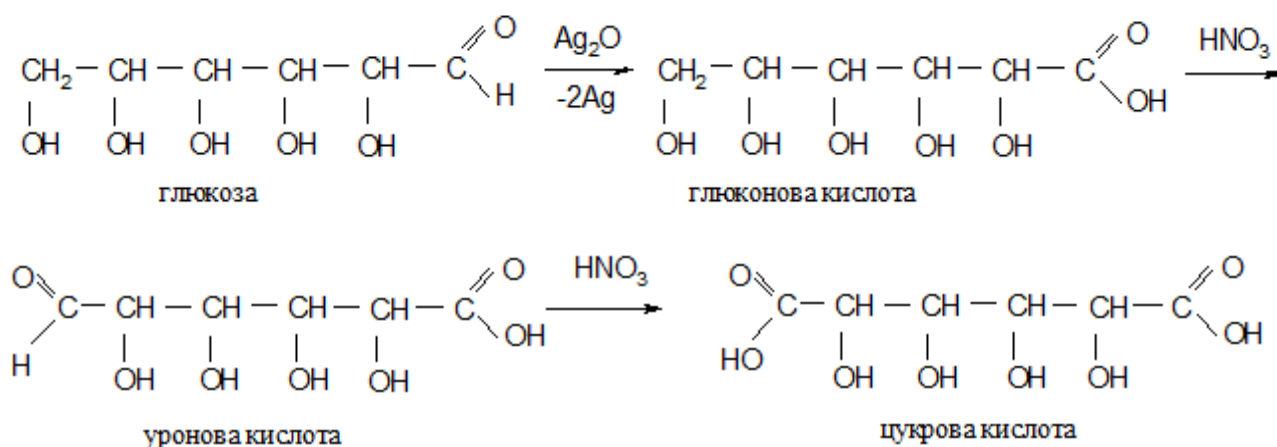
Моносахариди синтезують також синтетично.

Хімічні властивості

А. Реакції карбонільної групи.

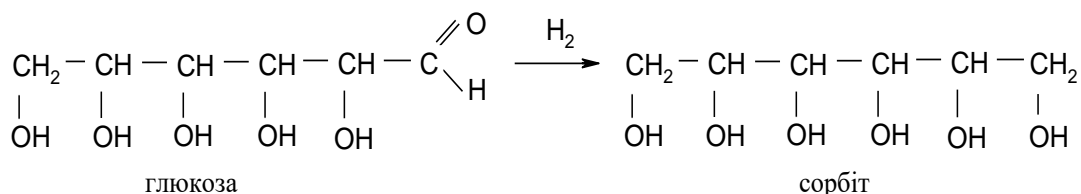
1. Окиснення відбувається в трьох основних напрямках:

а) окиснення карбонільної групи – реакція «срібного дзеркала»:



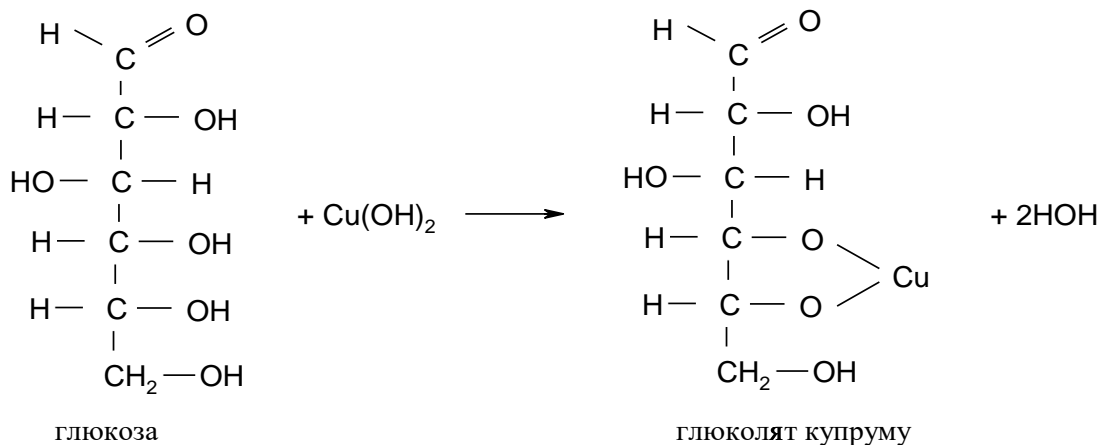
Крім цієї реакції, моносахариди можуть вступати і в інші аналогічні реакції. Вони в лужному середовищі відновлюють Купрум з купрум (II) гідроксиду і реактиву Фелінга.

2. Відновлення моносахаридів. Дана реакція відбувається при наявності водню і в присутності каталізаторів (Ni, амальгами натрію тощо) і приводить до утворення спиртів:

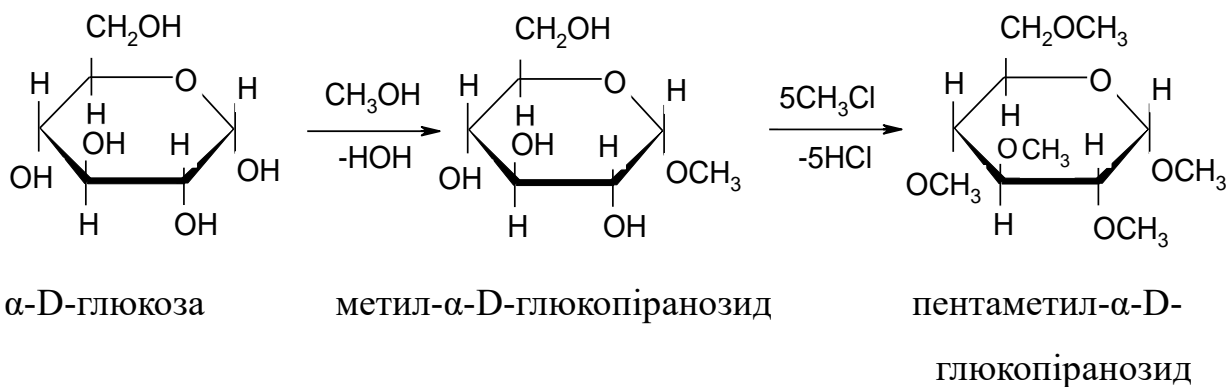


Б. Реакції гідроксильних груп.

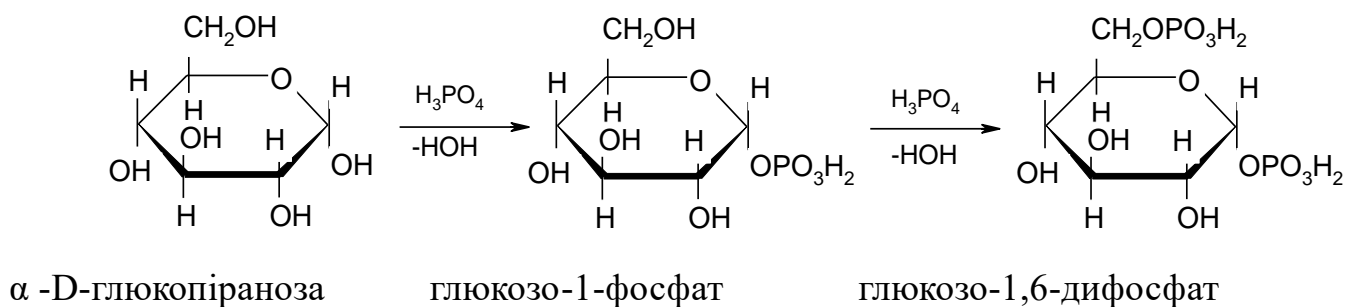
1. Взаємодія з гідроксидом купруму (II). Аналогічно багатоатомним спиртам моносахариди розчиняють блакитний осад, утворюючи сполуку типу гліколяту купруму синього кольору:



2. Реакції алкілювання. При взаємодії моносахаридів із спиртами (каталізатор Ag_2O) або з галогеналканами (каталізатор – HCl) утворюються повні етери:



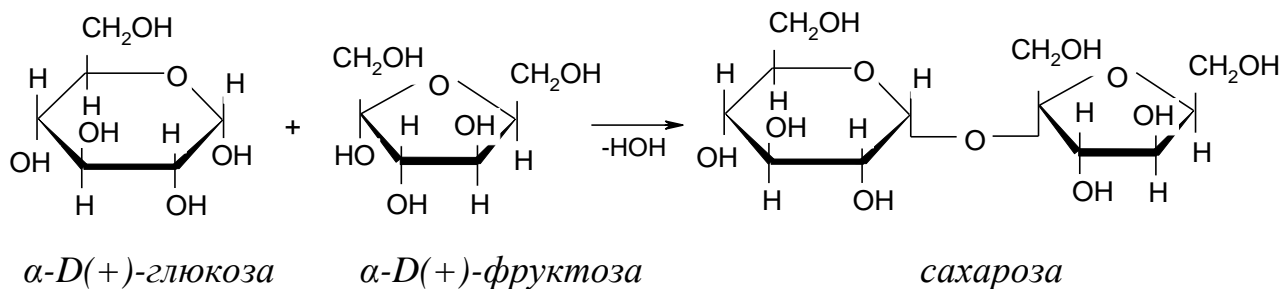
3. Фосфорилювання моносахаридів. З фосфатною кислотою проходить фосфорилювання з утворенням моно- і дифосфорних естерів (фосфатів), що мають особливе значення в реакціях обміну в живих клітинах організмів і дозволяють одержувати макроергічні сполуки (АТФ, АДФ і їх аналоги):



В. Бродіння моносахаридів.

Під впливом мікроорганізмів або їх певних ферментів відбувається бродіння моносахаридів.

Молекула невідновлюючого дисахариду (зв'язок 1→1 або 1→2) утворюється з двох молекул моносахаридів за рахунок їх глікозидних гідроксилів, формуючи закріплені циклічні форми, що не здатні розмикатися у звичайних умовах і вступати в реакції відновлення, типові для альдегідів і кетонів.

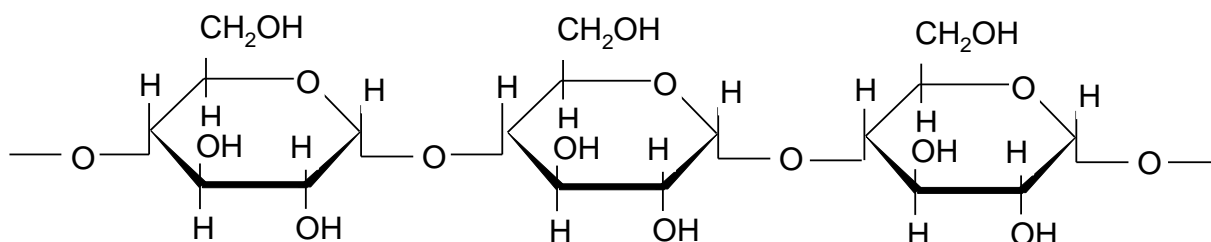


Дисахариди здатні до кислотного і ферментативного гідролізу. Для них аналогічно моносахаридам характерно три типи хімічних реакцій: за карбонільною групою (для відновлюючих дисахаридів), за спиртовими групами (для всіх дисахаридів) і бродіння (для більшості дисахаридів).

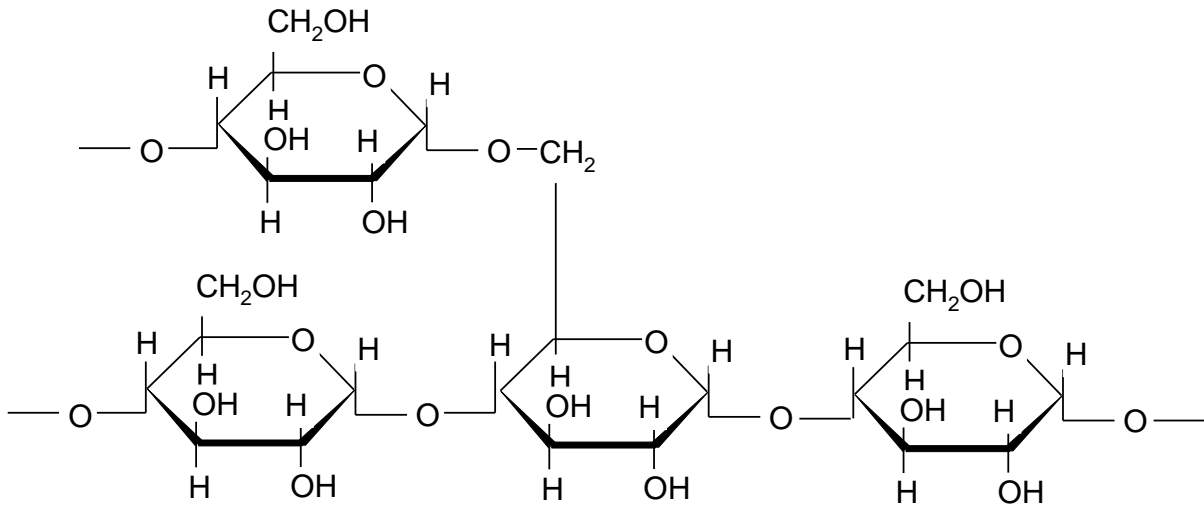
Полісахариди, або глікани - складні вуглеводи, молекули яких мають більше 10 моносахаридних залишків, сполучених між собою O-глікозидними зв'язками і утворюючих лінійні або розгалужені ланцюги.

Крохмаль – полісахарид рослин, який синтезується у хлоропластах і амінопластах листків рослин внаслідок процесів фотосинтезу.

Крохмаль накопичується у вигляді зерен різних форм і діаметрів, що характерні для кожного виду і навіть сорту рослин, в зерні, цибулинах, бульбах, листках і стеблинах. Він є сумішшю переважно з двох полісахаридів: лінійного (амілози), який побудовано із залишків $\alpha\text{-D}$ -глюкопіранози, що зв'язані 1→4-зв'язками; розгалуженого (амілопектину), де залишки $\alpha\text{-D}$ -глюкопіранози сполучені між собою зв'язками 1→4 і 1→6:



амілоза



амілопектин

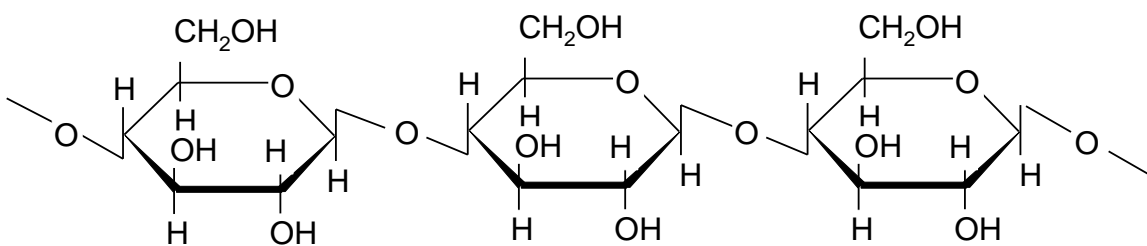
У молекулі крохмалю амілоза становить в середньому 10-30%, а амілопектину – 70-90%. Молекулярна маса амілози становить у середньому 200 тис, амілопектину – 1 млн.

Крохмаль – білий аморфний порошок, не розчиняється у холодній воді, при розчиненні в гарячій воді утворює крохмальний клейстер. Характерною кольоровою реакцією на крохмаль є синє забарвлення розчину йоду з калій йодидом.

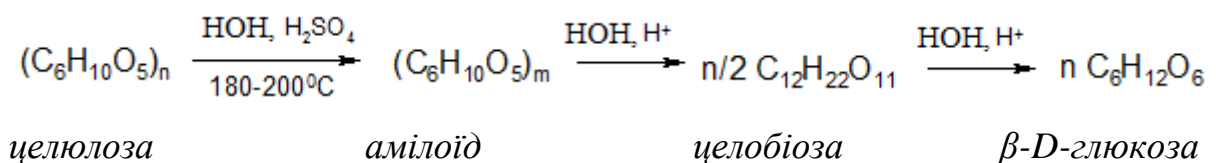
Глікоген (тваринний крохмаль) $(C_6H_{10}O_5)_n$ – резервний полісахарид тваринного організму, є джерелом хімічної енергії для більшості процесів, що відбувається в органах, тканинах і клітинах. Молекулярна маса – від 400 тис до 50 млн. Глікоген – енергетичний полісахарид. Найбільший його вміст у клітинах печінки (0,2-2,0% загальної сухої маси), скелетних м'язах (0,2-2,0%). Іноді глікоген зустрічається в грибах і дріжджах.

Інулін $(C_6H_{10}O_5)_n$ – резервний полісахарид, який відкладається в бульбах складноцвітих, фіалкових, дзвоникових, лобелієвих і лілійних. Високий вміст інуліну мають бульби топінамбура і жоржин (до 40-80% загальної сухої маси). Одержують з сировини екстракцією гарячою водою. Використовують для одержання фруктози і як заміник глюкози для хворих на діабет.

Клітковина, або целюлоза $(C_6H_0O_5)_n$ або $[C_6H_7O_2(OH)_3]_n$ – полісахарид, з якого побудовано стінки всіх рослинних клітин. Вона зумовлює механічну міцність і еластичність рослинних тканин і клітин. Багато клітковини містить бавовняне волокно (95-98% сухої маси), деревина (40-50%), зелене листя (до 30%), трава (10-25%). Макромолекули клітковини – довгі лінійні нерозгалужені ланцюги, що побудовані із залишків β -D-(+)-глюкози, з'єднаних між собою 1,4- β -глікозидними зв'язками. Загальна кількість залишків глюкози у молекулі полісахариду в середньому становить 6000-12000 одиниць, що відповідає молекулярній масі 10-20 млн.



Клітковина ферментативно (під дією мікробних ферментів целюлази і целобіази) або під дією мінеральних кислот (HCl , H_2SO_4) гідролізується з утворенням β -D-(+)-глюкози:



Порядок виконання роботи

Дослід 1. Якісна реакція на вуглеводи з \square -нафтолом

Хід роботи. Дослід одночасно проводять з декількома різними вуглеводами.

В одну пробірку поміщають 1 мл води, в другу -1 мл води і вносять в неї декілька крупинок цукру. Струшують, потім в кожен пробірку додають по 1-2 краплі розчину \square -нафтолу і, нахиливши пробірку, обережно приливають по стінках 1-2 мл сульфатної кислоти. На межі шарів вуглеводу і сульфатної кислоти з'являється фіолетове кільце. При відсутності вуглеводів фіолетового кільця не буде.

Дослід 2. Взаємодія глюкози з реактивом Фелінга

Хід роботи. У пробірку наливають 2-3 мл реактива Фелінга, 1 мл 1% розчину глюкози і суміш нагрівають розчин змінює свій колір, утворюється червоний осад купрум оксиду.

Дослід 3. Окиснення глюкози купрум (II) гідроксидом

Хід роботи. У пробірку наливають 2 мл 3% розчину глюкози, 1 мл 20% розчину NaOH і 5-10 крапель купрум (II) сульфату. Випадає осад купрум (II) гідроксиду, який розчиняється, утворюючи купрум глюколят синього кольору. Розчин обережно нагрівають, синій колір зникає, з'являється зелений, потім жовтий, а потім червоний осад купрум (I) оксиду.

Дослід 4. Дія реактива Фелінга на дисахариди

Хід роботи. Беруть три пробірки: в одну наливають 2-3 мл 1% розчину сахарози, в другу - 1% розчину лактози, а в третю □ 1% розчину мальтози і в кожен з них по 2 мл розчину Фелінга і нагрівають. Сахароза не змінює синього кольору. Це свідчить про відсутність в ній альдегідної групи. А у пробірках з лактозою і мальтозою випадає червоний осад купрум (I) оксиду.

Дослід 5. Якісна реакція на крохмаль

Хід роботи. В пробірку наливають 2 мл розчину крохмалю. Додають 1-2 краплі розчину Люголя. Вміст пробірки перемішують і спостерігають утворення синього забарвлення. Потім 1 мл рідини переносять в іншу пробірку, куди додають 1 мл розчину NaOH. Спостерігають знебарвлення розчину. Суміш, яка залишилась в пробірці, де спочатку виникло забарвлення, нагрівають на водяній бані. Спостерігають зникнення забарвлення, яке знову з'являється при охолодженні.

При взаємодії крохмалю з йодом утворюється комплексна адсорбційна сполука, забарвлена в синій колір. При нагріванні забарвлення зникає, але з'являється знову при охолодженні, що свідчить про утворення нестійкого комплексу крохмалю з йодом. Знебарвлення проходить також при додаванні натрій гідроксиду або калій гідроксиду. Зникнення забарвлення при нагріванні і додаванні лугу зумовлено тим, що в утворенні комплексу приймає участь молекулярний йод, а не йодид-йони (J⁻).

Дослід 6. Одержання штучного паперу

Хід роботи. Смужку фільтрувального паперу занурюють на 20 секунд в розчин концентрованої сульфатної кислоти. Після цього папір прополіскують у воді, нейтралізують розведеним розчином аміаку і висушують; утворюється пергамент. Клітковина на поверхні паперу гідролізує до амілоїду, який і склеює паперові волокна.

Контрольні питання завдання для самостійної роботи

1. Дайте визначення вуглеводів. Класифікація вуглеводів.
2. Моносахариди, їх класифікація.
3. Поясніть явище стереоізомерії на прикладі гліцеринового альдегіду.

Формула Фішера.

4. Циклічні або напівацетальні формули Коллі □ Толленса.
5. Циклічні або перспективні формули Хеуорса.
6. Природні джерела та способи одержання моносахаридів.
7. Хімічні властивості моносахаридів.
8. Види бродінь моносахаридів.
9. Будова і класифікація дисахаридів.
10. Охарактеризуйте основні полісахариди.
11. Дайте порівняльну характеристику крохмалю, глікогену, целюлози.

Поясніть, чим зумовлені відмінності у властивостях цих речовин, якщо всі вони складаються із залишків глюкози.

12. Охарактеризуйте фізико-хімічні властивості вуглеводів.

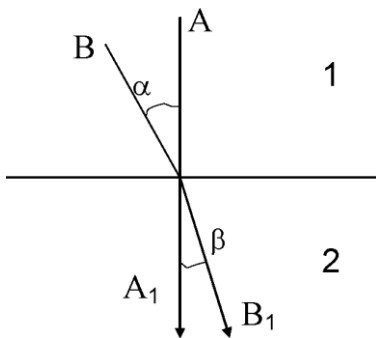
13. Дайте характеристику реакцій за участю карбонільної групи та гідроксильних груп.

14. Опишіть реакції відновлення моносахаридів. Дайте характеристику сполук, які утворюються.

Лабораторна робота № 18

ВИЗНАЧЕННЯ ЛАКТОЗИ В МОЛОЦІ МЕТОДОМ РЕФРАКТОМЕТРІЇ

Рефрактометричний аналіз ґрунтується на визначенні концентрації речовин за показником заломлення світла n . Заломлення світла – це зміна напрямку поширення оптичного випромінювання під час переходу через межу двох середовищ. Заломлення світла для двох середовищ оцінюється за величиною відносного показника заломлення. Цей метод характеризується відносною простотою апаратури і техніки виконання при високій точності вимірювання показника заломлення. Прилади, які використовують для вимірювання показника заломлення називаються рефрактометрами і дозволяють встановлювати показник заломлення з точністю до $1 \cdot 10^{-4}$, тобто до 10^{-2} від вимірювальної величини.



Рефрактометрія – приклад оптичного експресного мікрометоду: для визначення показника заломлення достатньо 1-2 крапель досліджуваної рідини, а визначення займає декілька хвилин. Метод базується на заломленні променя світла при переході від одного середовища в інше. Якщо промінь світла проходить

перпендикулярно поверхні розділу фаз, то його напрямок при цьому не змінюється (рис. 1, промінь $A-A_1$). У всіх інших випадках, тобто коли кут падіння менше 90° , напрямок променя світла при переході з одного середовища в інше змінюється (промінь заломлюється, рис.1, промінь $B-B_1$).

Під кутом падіння α розуміють кут між напрямком падаючого променя (B) і перпендикуляром до поверхні розділу фаз (A); кут заломлення β – це кут між напрямком заломлення променя і перпендикуляром A . Відношення синусів цих кутів являє собою показник заломлення середовища, в яке промінь світла входить з іншого середовища:

$$n = \sin(\alpha) / \sin(\beta)$$

При проходженні променя світла із середовища з меншим значенням n в середовище з більшим показником заломлення, кут β менше кута α (рис. 1.). Якщо кут падіння α наближається до 90° , то кут заломлення β менше 90° . Якщо кут α збільшувати, то падаючий промінь світла повністю відбивається від межі розділу і не потрапляє в менш густе середовище, проходить повне внутрішнє відбивання.

Застосування методу в кількісному аналізі базується на використанні залежності між показником заломлення (світлозаломлення) n аналізованого розчину та вмістом C визначуваної речовини в цьому розчині. Розрахунок концентрацій речовини за показниками заломлення розчину ведуть наступними методами: за калібрувальним графіком, за таблицями, за рефрактометричним фактором, методом добавок.

Порядок виконання роботи

Визначення базується на вимірюванні показника заломлення прозорих розчинів лактози $C_{12}H_{22}O_{11}$, отриманих при осадженні білків, що містяться в молоці, і жирів розчином хлориду кальцію.

Прилади, посуд та реактиви

Рефрактометр із термостатом. Водяна баня. Градуйовані піпетки місткістю 1 та 5 см³. Скляний бюкс. Крапельна піпетка. Розчин хлориду кальцію 8,0 %.

Пробопідготовка.

У скляний бюкс піпеткою відбирають 5,00 см³ свіжого молока. Для осадження білків до аналізованої проби додають 0,50 см³ розчину кальцію хлориду. Бюкс закривають кришкою і нагрівають 10 хв на водяній бані при температурі кипіння, потім охолоджують під струменем водопровідної води приблизно до 20°C .

Аналіз.

Крапельною піпеткою обережно відбирають кілька крапель прозорої рідини (сироватки) і швидко (щоб уникнути випаровування вологи) поміщають на нижню (вимірювальну) призму рефрактометра. Опускають верхню (освітлювальну) призму та вимірюють показник заломлення при $(18 \pm 0,2)^\circ\text{C}$, підтримуючи

температуру за допомогою термостату. Виконують 3 – 4 вимірювання показника заломлення молочної сироватки, розраховують середнє значення n .

Розрахунок.

За табличними даними знаходять масову частку лактози в аналізованому молоці (%). Справжній вміст лактози в молоці одержують під час аналізу свіжого молока з кислотністю 16-20 °Т. При аналізі молока із підвищеною кислотністю результати завищені.

n_D^{18}	$\omega, \%$	n_D^{18}	$\omega, \%$	n_D^{18}	$\omega, \%$
1,3406	3,77	1,3415	4,23	1,3424	4,69
1,3407	3,82	1,3416	4,28	1,3425	4,74
1,3408	3,87	1,3417	4,33	1,3426	4,79
1,3409	3,93	1,3418	4,38	1,3427	4,84
1,3410	3,98	1,3419	4,44	1,3428	4,89
1,3411	4,03	1,3420	4,49	1,3429	4,95
1,3412	4,08	1,3421	4,54	1,3430	5,00
1,3413	4,13	1,3422	4,59	1,3431	5,05
1,3414	4,18	1,3423	4,64	1,3432	5,10

Лабораторна робота № 19

ВИЗНАЧЕННЯ КРОХМАЛЮ В КОНДИТЕРСЬКИХ ВИРОБАХ

Визначення базується на перетворенні крохмалю на світлопоглинаючу сполуку та фотометруванні забарвленого розчину. Амілоза, що знаходиться в крохмалі, утворює з йодом адсорбційну комплексну сполуку, забарвлену в інтенсивно синій колір. Відтінок забарвлення залежить від походження крохмалю (картопляний, пшеничний, рисовий тощо).

Прилади, посуд та реактиви

Фотоелектроколориметр КФК-2 або ФЕК-56 із набором кювет. Аналітичні ваги 2 класу точності. Водяна баня. Термометр (100 °С). Центрифуга з центрифужними пробірками. Мірна колба місткістю 1 дм³. Мірні піпетки місткістю 10 см³ – 3 шт. Конічна колба місткістю 500 см³. Хімічні склянки

місткістю 50 см³ – 6 шт. Мірний циліндр місткістю 500 см³. Порцелянова ступка. Стандартний розчин крохмалю з концентрацією 0,250 г/дм³. Розчин йоду у водному розчині йодиду калію з концентрацією 0,0400 мг/см³. Папір фільтрувальний. Річковий пісок.

Порядок виконання роботи

Вибір світлофільтру. У хімічну склянку поміщають 4,00 см³ стандартного розчину крохмалю, додають 6,00 см³ дистильованої води та 10,00 см³ розчину йоду. Одночасно готують розчин порівняння, що складається з 10,00 см³ дистильованої води та 10,00 см³ розчину йоду. Вимірюють оптичну густину забарвленого синій колір розчину при різних світлофільтрах. Вибирають світлофільтр, при якому світлопоглинання максимальне.

Побудова градуювального графіка.

У хімічних склянках готують серію стандартних розчинів крохмалю по 0,2,4,6,8 10 мл, доводять до 10 мл водою, в кожен додають по 10 мл розчину йоду. Вимірюють оптичну густину розчинів, забарвлених у синій колір; розчин порівняння не містить крохмаль. Оптимальну кювету вибирають так, щоб оптична густина розчину з мінімальною концентрацією крохмалю перевищувала 0,1, а розчину з максимальною концентрацією крохмалю – була менше 0,8.

За отриманими даними будують градуювальний графік в координатах: оптична густина A – концентрація крохмалю в розчині, г/дм³.

Аналіз кондитерського виробу.

Для аналізу кондитерського виробу (пастила, зефір, молочна помадка тощо) подрібнену пробу (маса 3 – 5 г) зважують на аналітичних вагах з точністю $\pm 0,0010$ г і розтирають у фарфоровій ступці з 20 см³ дистильованої води. Пробу розчиняють у дистильованій воді та кількісно переносять у мірну колбу. Вміст колби нагрівають на водяній бані до 90–95 °С, потім охолоджують під струменем водопровідної води до 20 °С, доводять розчин дистильованою водою до мітки, ретельно перемішують, 25 см³ отриманого розчину центрифугують. Мірною піпеткою 10,00 см³ центрифугату поміщають у хімічну склянку, додають 10,00 см³ розчину йоду та вимірюють оптичну густину забарвленого розчину щодо розчину

порівняння. За градувальним графіком знаходять концентрацію крохмалю в 10,00 см³ досліджуваного розчину.

Розрахунок.

Масову частку крохмалю (%) в аналізованому продукті розраховують за формулою:

$$\omega = \frac{c_x \cdot V \cdot 100}{m}$$

де c_x – концентрація крохмалю, знайдена за градувальним графіком, г/дм³;
 V – місткість колби, дм³; m - маса наважки аналізованого продукту, г.

Лабораторна робота № 20

БІЛКОВІ РЕЧОВИНИ

До даної групи відносяться біологічно активні речовини різної складності будови своїх молекул – амінокислоти, пептиди і білки

Амінокислоти – похідні карбонових кислот, у радикалі яких один або декілька атомів гідрогену заміщено на аміногрупу – NH₂.

Ізомерія і номенклатура. Для амінокислот характерна ізомерія карбонового радикала, місцеположення в радикалі аміногрупи і оптична ізомерія (крім найпростішої амінокислоти гліцину).

Згідно з тривіальною номенклатурою а/к називають історичними назвами, що дані їм при відкритті (аргінін, лізин), або базуються на деяких їх властивостях (гліцин – грец. glykys – солодкий).

Згідно з номенклатурою ІЮПАК цифрами вказують місце розміщення аміногрупи і радикала, і назву кислоти (за вуглеводнем).

Наприклад: CH₃CH(CH₃)CHNH₂COOH – 2-аміно-3-метилбутанова кислота.

Способи одержання.

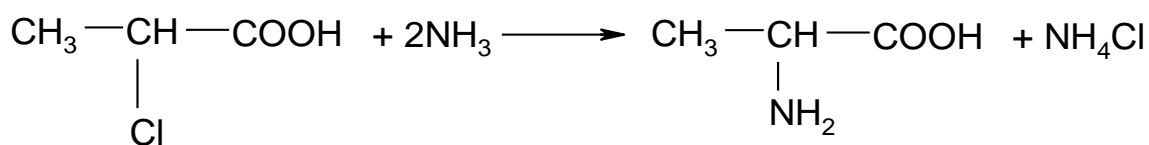
Амінокислоти одержують з природної сировини та методами хімічного синтезу.

1. Гідроліз білків. Розрізняють три види гідролізу – кислотний (HCl, H₂SO₄), лужний (KOH, NaOH) і ферментативний (протеолітичними ферментами – пепсином, трипсином тощо). Під час гідролізу утворюється суміш амінокислот.

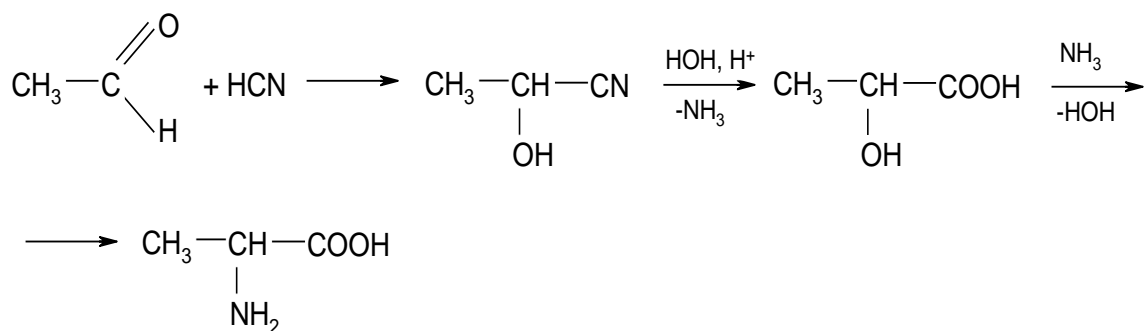
2. Метод мікробіологічного синтезу. Для одержання а/к підбирають відповідні живильні середовища, мікроорганізми і проводять інкубацію. Утворену мікробну масу очищують та виділяють з неї окремі амінокислоти.

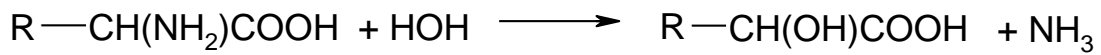
3. Методи органічного синтезу:

а) Дія аміаку на α-галогензаміщені кислоти:



б) Ціангідринний метод (розроблений А.Штрекером, 1850):





Відомо більше 200 індивідуальних а/к, що одержані з природної сировини і синтетичними методами.

До складу білків найчастіше входять 20 а/к, 2 амідні а/к і 2 імінокислоти.

За біологічним значенням розрізняють:

Замінні амінокислоти - це амінокислоти, які можуть утворюватись в організмі з інших речовин (переважно з кетокислот). До них відносяться: аланін, серин, аспарагінова кислота, пролін, оксипролін.

Незамінні амінокислоти - не синтезуються організмом, потребують надходження з кормом. Сюди належать: треонін, валін, лейцин, ізолейцин, норлейцин, метіонін, лізин, фенілаланін, триптофан, гістидин.

Напівзамінні амінокислоти можуть утворюватись в невеликих кількостях з інших амінокислот або утворюються тільки в окремих організмах (гліцин, цистеїн, цистин, орнітин, аргінін, тирозин).

За хімічною будовою амінокислоти діляться на: ациклічні (нециклічні) та циклічні (ізоциклічні і гетероциклічні).

В групі ациклічних амінокислот виділяють:

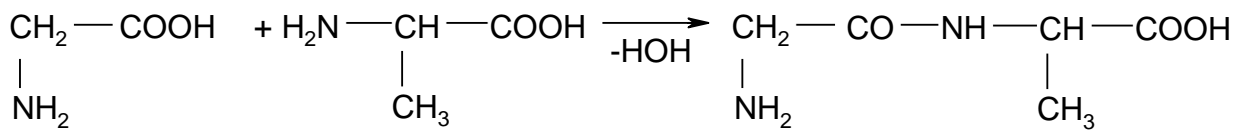
а) *моноаміномонокарбонові амінокислоти* (містять одну $-NH_2$ і одну $-COOH$ - групи);

б) *моноамінодикарбонові амінокислоти* (одна $-NH_2$ група і дві $-COOH$ - групи);

в) *діаміномонокарбонові амінокислоти* (дві групи NH_2 і одна група $-COOH$);

г) *діамінодикарбонові амінокислоти* (дві групи NH_2 і дві групи $-COOH$).

У водних розчинах α -амінокислоти існують у вигляді біполярних іонів. Це дає можливість аміногрупам орієнтуватися до карбоксильних груп, з яких вилучається вода. При цьому в залежності від кількості з'єднаних амінокислот утворюються ди-, три-, тетра- і т.д. **пептиди:**



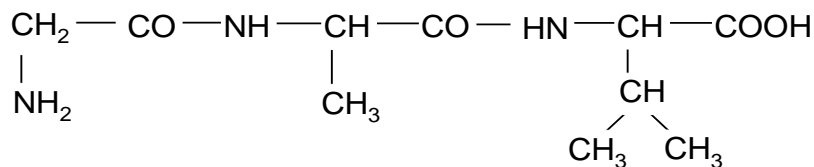
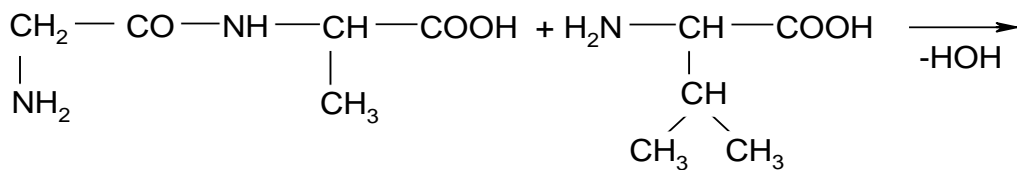
гліцин

аланін

дипептид (гліцилаланін)

Утворені пептиди є по суті, амінокислотами, а тому мають можливість взаємодіяти між собою і з іншими амінокислотами утворюючи вищі пептиди аж до **поліпептидів** (простих білків або протеїнів).

Зв'язок **–CO–NH–** називають **пептидним зв'язком**.



трипептид (гліцилаланілвалін)

Пептиди володіють амфотерними і всіма іншими властивостями амінокислот. При гідролізі пептиди і поліпептиди розщеплюються до α -амінокислот. Найчастіше проводять кислотний гідроліз в присутності концентрованої HCl і ферментативний в присутності *ферментів* тваринного і мікробного походження *пептидаз*.

Білки – високомолекулярні органічні сполуки, побудовані із залишків α -амінокислот, які з'єднані між собою пептидними зв'язками в довгі поліпептидні ланцюги, прямі і закручені.

Становлять структурну та функціональну основу кожного живого організму.

Джерелом для отримання білків є органи, тканини тварин і рослин, мікробна маса, які багаті білковими речовинами. Останнім часом інтенсивно розробляються та впроваджуються методи синтетичного одержання білків.

Згідно з сучасними уявленнями, у білках розрізняють чотири рівні структури - первинну, вторинну, третинну і четвертинну.

Первинна структура - це певна послідовність залишків амінокислот в поліпептидних ланцюгах молекул білка. Вона специфічна для кожного білка і визначається генетичною інформацією.

Вторинна структура - поліпептидний ланцюг білка скручується в спіраль. Це встановили в 1951 році вчені Полінг і Корі. Білкові ланцюги існують у вигляді α - спіралі або β - структур.

Третинна структура - білки вторинної будови скручуються в глобулу. Створюється об'єм і форма білкової молекули. Під час формування третинної структури поліпептидні ланцюги укладаються так, щоб максимальна кількість гідрофільних груп залишків амінокислот була розміщена назовні, тобто повернута до водного середовища, а гідрофобні групи розміщуються всередині глобули. На конформацію утвореної глобули значний вплив мають такі фактори як рН середовища, іонна сила розчину, температура, взаємодія білкових молекул з іншими речовинами тощо. У стабілізації третинної структури важливу роль відіграють гідрофобні, водневі, дисульфідні та іонні зв'язки.

Четвертинна структура виникає в результаті асоціації кількох субодиниць в єдину комплексну молекулу (міцелу). Четвертинна структура характерна для тих білків, які складаються з двох, чотирьох і більшої, в основному парної, кількості індивідуальних поліпептидних ланцюгів з власною третинною структурою. Субодиниці називають протомерами, а комплексну частинку – мультимером. Кількість протомерів - від чотирьох (у гемоглобіну) до кількох тисяч (у білка вірусу тютюнової мозаїки).

За рядом характерних властивостей *прості білки або протеїни* діляться на 7 основних класів: альбуміни, глобуліни, гістони, протаміни, проламіни, протеноїди, глутеліни.

Із простих білків побудовані і *складні білки або протеїди*, які крім поліпептидів містять речовини небілкової природи, які називають простетичною групою.

До складних білків відносяться:

1. Фосфопротеїди □ до їх складу входить фосфатна кислота.

2. Хромопротеїди □ містять забарвлену речовину.
3. Глікопротеїди □ містять залишки оліго- і полісахаридів.
4. Ліпопротеїди □ до їх складу входять жири.
5. Нуклеопротеїди □ містять нуклеїнові кислоти і є генами.

Для виявлення білків існує декілька якісних реакцій:

а) **біуретова реакція** □ з солями міді і лугами білки дають **фіолетове** забарвлення,

б) **ксантопротеїнова реакція** □ з нітратною кислотою білки дають жовте забарвлення, яке в аміаку переходить в **жовтогаряче**,

в) **реакція Мілона** □ з розчином гідраргірум нітрату в присутності нітратної кислоти білки дають **червоне** забарвлення.

г) **хінгідринова проба** □ з хінгідрином білки дають **фіолетове** забарвлення.

Порядок виконання роботи

Дослід 1. Одержання мідної солі гліцину

Хід роботи. У пробірку наливають 5 мл гліцину і досипають близько 1 г купрум оксиду в порошок. Суміш кип'ятять декілька хвилин, розчин забарвлюється в синій колір. Гарячий розчин відфільтровують у фарфорову чашку. Випаровують на водяній бані до кристалізації. Після охолодження випадають блакитні кристали мідної солі гліцину. Написати рівняння реакції.

Дослід 2. Біуретова реакція

Хід роботи. У пробірку наливають 1-2 мл розчину білка, додають 1-2 мл натрій гідроксиду і 3-5 краплин купрум сульфату. Розчин забарвлюється у фіолетовий колір. Ця реакція відкриває пептидні групи в білках, а також в продуктах гідролізу білків.

Дослід 3. Реакція Мілона на відкриття тирозину

Хід роботи. У пробірку наливають 1-2 мл розчину білка і 1-2 мл реактиву Мілона, нагрівають. Утворений спочатку білий осад забарвлюється в рожевий колір. Ця реакція відкриває наявність тирозину в білках.

Дослід 4. Відкриття сірки в білках

Хід роботи. У пробірку наливають 1-2 мл розчину білка, 1-2 мл 30% лугу і 1 мл розчину плюмбум ацетату, кип'ятять. Утворений осад забарвлюється в темно-коричневий колір, тобто при цьому утворюється плюмбум сульфід. Ця реакція дає можливість відкривати білки, до складу яких входить Сульфур (цистин, цистеїн).

Дослід 5. Реакції осадження білка

Хі дроботи. 1. Дія спирту і амоній сульфату (процес оборотний). У дві пробірки наливають 1-2 мл розчину білка, в одну з них доливають етилового спирту, а в другу амоній сульфату. З'являється осад, який при додаванні води повільно розчиняється.

2. Осадження білка солями металів (процес необоротний). У три пробірки наливають 1-2 мл розчину білка. В одну пробірку доливають кілька краплин купрум (II) сульфату, в другу – трішки лугу і гідраргірум нітрату. В третю – солі плюмбуму і лугу. В усіх трьох пробірках з'являється нерозчинний осад білка. Білок можна осаджувати також концентрованими кислотами: хлоридною, оцтовою, пікриною, фосфорно-молібденовою, фосфорно-вольфрамовою, таніном. Білок також коагулює при нагріванні.

Реакції осадження білків

Реакції осадження білків можуть бути зворотними і незворотними. При зворотному осадженні білки не піддаються глибоким змінам, не втрачають своїх властивостей, можуть розчинятись у воді. При незворотних реакціях осадження білки піддаються глибоким змінам (денатурація). Повне і швидке осадження білків настає при досягненні ізоелектричної точки (ІЕТ).

Дослід 1. Осадження білків солями важких металів

Хід роботи. В одну пробірку до 5 крапель розчину білку додають обережно 2 краплі 1% розчину CuSO_4 і спостерігають розчинення осаду в надлишку реактиву. В другу пробірку до 5 крапель розчину яєчного білку додають 2 краплі 5% розчину оцтовокислого свинцю. Утворюється осад, нерозчинний у воді, але легко розчинний в надлишку осаджувача.

Дослід 2. Осадження білків концентрованими мінеральними кислотами

Хід роботи. До 5 крапель концентрованої HNO_3 доливають рівний об'єм розчину білку, обережно, по стінці пробірки, нахиливши її під кутом 45 градусів, так щоб обидві рідини не змішувались. На межі двох рідин утворюється осад у вигляді невеликого білого кільця. Обережно струшують пробірку і добавляють надлишок HNO_3 . Осад не зникне, так як в надлишку HNO_3 він не розчиняється. Осадження H_2SO_4 проводиться аналогічно реакції з HNO_3 . До 5 крапель концентрованої H_2SO_4 обережно по стінці доливають рівний об'єм білку. Осад розчиняється в надлишку H_2SO_4 .

Дослід 3. Осадження білків органічними кислотами

Хід роботи. В дві пробірки до 5 крапель розчину білка додають 2 краплі 20% розчину сульфосаліцилової кислоти і 2 краплі 10% розчину трихлороцтової кислоти. Спостерігають появу осаду білка.

Дослід 4. Осадження білків органічними розчинниками

Хід роботи. До 5 крапель розчину білку доливають 10 крапель етилового спирту. Розчин мутніє. Додають 1 краплю насиченого розчину NaCl . Згодом випадає осад білка.

Дослід 5. Осадження білків алкалоїдними речовинами

Хід роботи. До 5 крапель білку додають 2 краплі насиченого розчину таніну і 2 краплі 1% розчину CH_3COOH . Випадає осад жовтувато-сірого кольору.

Дослід 6. Осадження білків нейтральними солями (висолюванням)

Хід роботи. В пробірку наливають 3 мл розчину білка, додають рівний об'єм насиченого розчину $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ і перемішують. Утворюється напівнасичений розчин, в осад випадають глобуліни. Через декілька хвилин глобуліни відфільтровують. У фільтраті залишаються альбуміни. Для їх висолювання у фільтрат додають порошок $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ до насичення, тобто до тих пір, поки нова порція порошку залишиться нерозчинною. Альбуміни, які випали в осад, відфільтровують. Досліджують фільтрат на наявність білку за допомогою біуретової реакції.

Завдання для самостійної роботи

1. Дайте визначення амінокислот. Класифікація амінокислот за хімічною будовою та за біологічним значенням.
2. Ізомерія та номенклатура амінокислот.
3. Хімічні властивості амінокислот.
4. Дайте визначення білків. Хімічні властивості білків.
5. Рівні організації білкової молекули.
6. Охарактеризуйте фізико-хімічні властивості білків.
7. Дайте характеристику білків як амфотерних електролітів.
8. Поясніть механізм осадження білків. Вкажіть, які речовини використовуються для осадження білків і охарактеризуйте принцип їх дії.
9. Вкажіть зміни, які відбуваються в білковій молекулі при її денатурації.
10. Охарактеризуйте четвертинну структуру білків на прикладі гемоглобіну.
11. Охарактеризуйте методи, які використовуються для вивчення структури білків.
12. Поясніть явище стереохімії амінокислот.

Лабораторна робота № 21

ВИЗНАЧЕННЯ БІЛКІВ У МОЛОЦІ

Визначення ґрунтується на ксантопротеїновій реакції з утворенням забарвленого в помаранчевий колір продукту.

Порядок виконання роботи

В мірну пробірку піпеткою відбирають 1,00 мл добре перемішаної проби молока, додають 9,00 мл розчину NaOH, струшують і витримують 10 хв. В іншу пробірку відбирають 1,00 мл отриманої суміші, додають 1,00 мл концентрованої нітратної кислоти та перемішують. Пробірку поміщають на водяну баню за температури кипіння (5 хв), потім охолоджують на повітрі. Розчин набуває лимонно-жовтого забарвлення. По стінці пробірки піпеткою акуратно додають 3,00 мл розчину NH_4OH і 5,00 мл дистильованої води.

Забарвлений в помаранчевий колір розчин ретельно перемішують, фільтрують крізь знезолений фільтр і фотометрують з синім світлофільтром (область поглинання $\lambda = 420 - 440$ нм) відносно дистильованої води. Оптимальну товщину шару, що поглинає, вибирають так, щоб оптична густина становила $\sim 0,45$. За результатами двох паралельних вимірів розраховують середню оптичну густина.

Розрахунок.

Масову частку білка в молоці (%) знаходять за такою формулою:

$$\omega = A \cdot K$$

A – оптична густина розчину; K – коефіцієнт (7,4%), отриманий при попередніх порівняльних визначеннях вмісту білка методом К'ельдаля і ксантопротеїнової реакції.

Лабораторна робота № 22

ВИЗНАЧЕННЯ БІЛКІВ У МОЛОЦІ МЕТОДОМ РЕФРАКТОМЕТРІЇ

Метод базується на встановленні різниці показників заломлення досліджуваного молока і розчину, який отримано після осадження білків розчином хлористого кальцію при кип'ятінні.

Порядок виконання роботи:

Відмірюють піпеткою 5 см^3 молока в пробірку, додають 5 – 6 крапель 4 % розчину хлористого кальцію. Пробірку закривають пробкою і переносять у киплячий водяний нагрівач на 10 хв. Потім вміст пробірки фільтрують через складчастий фільтр. У прозорому фільтраті і у вихідному молоці визначають показник заломлення на рефрактометрі. Вміст білка X , %, розраховують за формулою:

$$X = \frac{n_M - n_C}{0.002045}$$

де n_M – показник заломлення молока; n_C – показник заломлення сироватки (фільтрату); 0,002045 – емпіричний коефіцієнт.

Лабораторна робота №23

ЛІПІДИ

Ліпіди (грец. lipos – жир) - це жири і жироподібні речовини, які відносяться до біологічно важливих сполук, що входять до складу кожної клітини живого організму.

Як правило, більшість ліпідів є похідними ВЖК, вищих жирних спиртів (ВЖС), або альдегідів. Ліпіди є компонентами біологічних мембран, джерелом хімічної енергії і виконують захисні функції. Ліпіди не розчиняються у воді, розчиняються в органічних розчинниках, деякі з них – відмінні органічні розчинники. Більшість ліпідів за своєю будовою – естери.

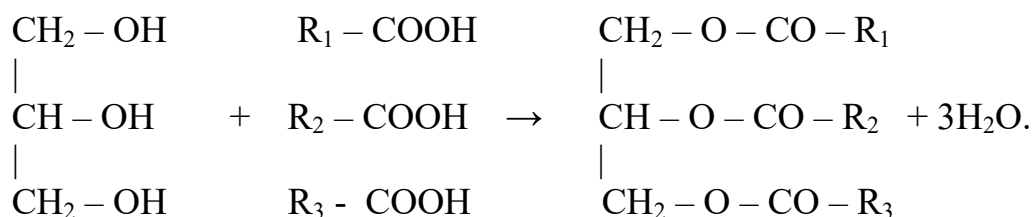
Розрізняють прості і складні ліпіди.

Прості ліпіди – естери ВЖК (або альдегідів) і спиртів. Сюди відносять нейтральні жири (тригліцериди), діольні ліпіди, воски, стерини і стериди.

Молекули складних ліпідів утворюються залишками ВЖК, спиртів (часто ВЖС), неорганічних кислот (найчастіше H_2SO_4 і H_3PO_4), нітрогенних основ (холін, коламін) і моносахаридів (галактози, глюкози, манози тощо). До складних ліпідів відносяться фосфатиди (фосфоліпіди), гліколіпіди і сульфатиди, іноді близькі до них сполуки, зокрема ВЖК, простагландини, деякі жиророзчинні вітаміни тощо.

Прості ліпіди. Нейтральні жири

Нейтральні жири – суміш тригліцеридів, молекули яких утворені триатомним спиртом гліцерином і ВЖК:



Тригліцериди найчастіше називають за ВЖК, що брали участь в утворенні їх молекул: триолеїн, тристеарин, стеароолеопальмітин тощо. Тваринні жири (крім вершкового масла) називають салами, рослинні – оліями, маслами.

ВЖК нейтральних жирів представлені насиченими, ненасиченими і циклічними кислотами, а в деяких випадках і гідроксикислотами. Основу структури молекул жирів складають залишки жирних кислот, що мають 4-26 атомів Карбону.

Насичені карбонові кислоти найчастіше мають парну кількість атомів Карбону, наприклад: $\text{C}_3\text{H}_7 - \text{COOH}$ – масляна кислота; $\text{C}_5\text{H}_{11} - \text{COOH}$ – капронова кислота; $\text{C}_{11}\text{H}_{23} - \text{COOH}$ – лауринова кислота; $\text{C}_{13}\text{H}_{27} - \text{COOH}$ – міристинова кислота; $\text{C}_{15}\text{H}_{31} - \text{COOH}$ – пальмітинова кислота; $\text{C}_{17}\text{H}_{35} - \text{COOH}$ – стеаринова кислота.

Ненасичені карбонові кислоти, залишки яких входять у молекулу жиру, у складі радикалів можуть мати 1-4 подвійних зв'язки. Наприклад:

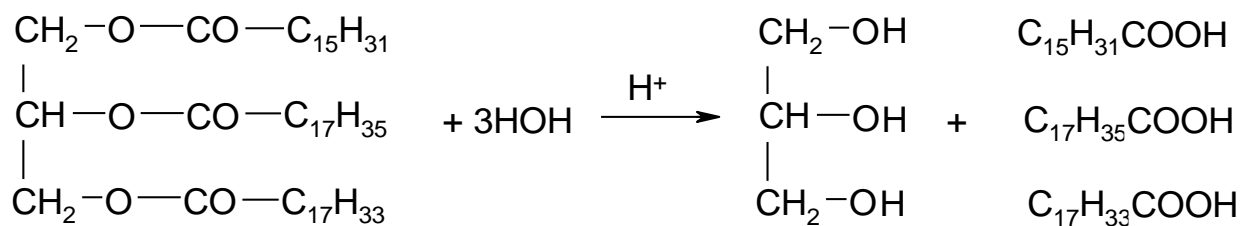
-олеїнова – $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$;

-ліноленова – $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$.

Жири, як правило, одержують з природної сировини, іноді – синтетично. Тваринні жири виділяють із жирової тканини (підшкірна клітковина, сальник) витоплюванням на пару або відкритому вогні, рослинні – пресуванням або екстрагуванням. Екстрагентами найчастіше виступають діетиловий етер і ацетон.

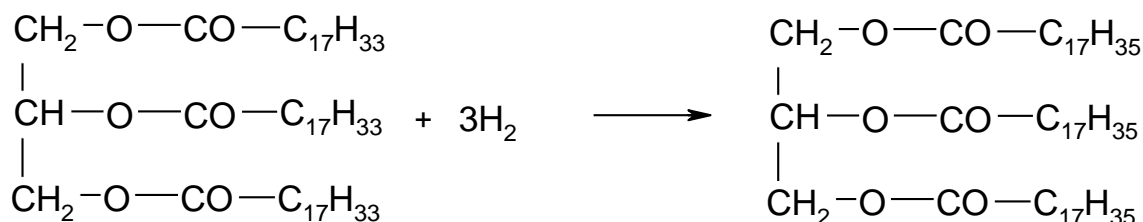
Хімічні властивості визначаються хімічною будовою молекул жиру.

1. Гідроліз, або омилення жирів – процес гідролітичного розщеплення жирів:



олеїнопальмітиностеарат

2. Гідрогенізація жирів – процес приєднання Гідрогену до залишків ненасичених кислот молекул жирів, що перетворює їх в насичені. Каталізатором є добре подрібнений Нікол. Даний процес дає можливість перетворити рідкі олії, нестійкі до дії різних факторів зовнішнього середовища і незручні у збереженні, в тверді:



триолеїнат

тристеарат

3. Згіркнення жирів. Під час зберігання жирів (особливо ненасичених) під впливом сонячних променів і вологи вони гідролізуються і окиснюються, внаслідок чого виникають продукти перекисного окиснення.

4. «Висихання» олій – це перетворення рослинних жирів, молекули яких мають залишки ненасичених жирних кислот (олеїнової, лінолевої, ліноленової), в щільну, тверду і прозору плівку. В основі знаходяться процеси утворення пероксидів, гідроксикислоти, а також циклічних угруповань.

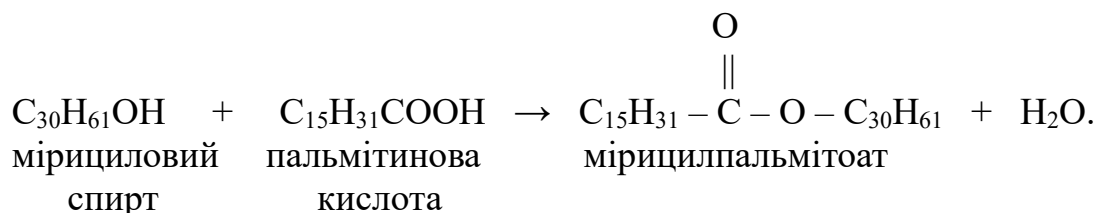
Воски – група ліпідів, молекули яких утворюються деякими вищими спиртами (переважно жирного і зрідка циклічного рядів) і ВЖК.

Розрізняють воски:

- тваринного походження (бджолиний віск, спермацет, ланолін);
- рослинного походження (карнаубський);
- викопного походження (озокерит);

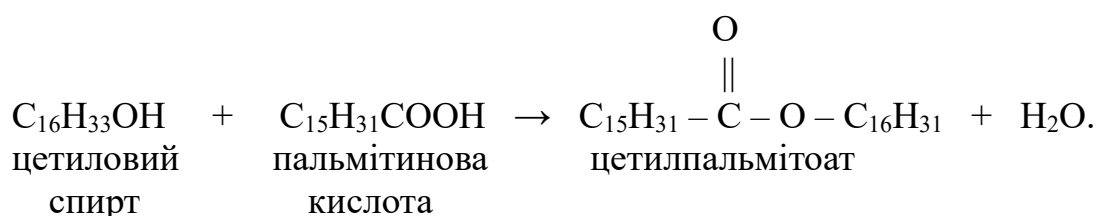
-мікробного походження.

Бджолиний віск виробляється восковими залозами бджіл. Він являє собою суміш естерів (до 75%), вільних жирних кислот і насичених вуглеводнів, вітамінів та інших речовин. Основу воску складає естер мірицилового спирту і пальмітинової кислоти:



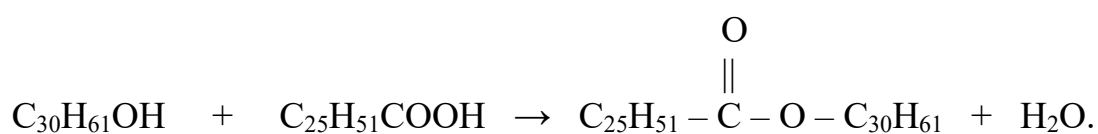
Ланолін – віск, який виділяють з овечої вовни після її промивання та очищення. Він є сумішшю діестерів α -, β -алкандіолів і ВЖК з 16-24 атомами Карбону, а також 10% стеринів і стеридів у вигляді жовтої мазеподібної маси. Ланолін стійкий до дії лугів. Кислот і особливо окисників. Його використовують для виготовлення різних кремів і мазей.

Спермацет – віск, який одержують із спермацетового масла фіброзного мішка черепа кашалота. Основу (90%) масла складає естер – цетилпальмітоат:



Спермацет – пластинчасті воскоподібні кристали, який одержують з охолодженого спермацетового масла виділенням з нього кристалічної частини. Використовується у парфумерії і фармацевтичній практиці як основа для виготовлення кремів, мазей, а також лікування хронічних виразок.

Карнаубський віск – рослинний віск, що покриває листя пальми *Copernicia cerifera*. До його складу входить більш 80% естерів, які утворено ВЖК і ВЖС. Хімічною основою воску є мірицилцеротиноат:



мірициловий
спирт

церотинова
кислота

мірицилцеротиноат

Карнаубський віск – тверда речовина, розчинна у діетиловому етері, гарячому етанолі і не розчиняється у воді. Застосовують як компонент полірувальних паст, при вичинці шкіур, у виробництві копіювального паперу тощо.

Фосфатиди, або фосфоліпіди - естери, молекули яких утворено залишками спиртів (гліцерину, інозиту, сфінгозину), ВЖК (насиченими і ненасиченими), ортофосфорної кислоти і нітрогеновмісної основи.

Разом з білками складають хімічну основу біомембран клітин. Фосфатидами багаті нервова тканина (26-30% сухої маси), печінка (до 16%) та інші органи. За природою спиртових залишків розрізняють такі групи фосфатидів:

- холінфосфатиди (лецитини);
- коламінфосфатиди (кефаліни);
- серинфосфатиди;
- ацетальфосфатиди (плазмалогени);
- кардіоліпіди.

Гліколіпіди - складні ліпіди, молекули яких побудовано з ліпідного і вуглеводного фрагментів, що з'єднані між собою ковалентним зв'язком.

Гліколіпіди – складові частини біомембран клітин, з окремими з них пов'язано явище імунітету, деякі – беруть участь у процесах міжклітинної адгезії та ін. Типовим гліколіпідом є нервон – цереброзид нервової тканини людини і тварин.

Сульфатиди – складні ліпіди, молекула яких утворена залишками ненасиченого аміноспирту сфінгозину, церебронової або лінгоцеринової кислот, галактози і сульфатної кислоти.

Сульфатиди виконують структурну і метаболічну функції в тканинах мозку, нирок і м'язів. Можуть з'являтися в сечі як наслідок захворювання організму людей або тварин церебральним склерозом.

Порядок виконання роботи

Визначення хімічних констант жирів

Дослід 1. *Визначення кислотного числа*

Кислотне число—це кількість міліграмів калій гідроксиду, необхідна для нейтралізації вільних жирних кислот, що містяться в 1 г жиру.

Кислотне число поряд з іншими фізико-хімічними показниками характеризує якість жиру. Під час зберігання жиру спостерігається нагромадження вільних жирних кислот, тобто зростає кислотність. Підвищення кислотності вказує на зниження якості жиру.

Хід роботи. До 1 г жиру додають 5 мл спирту, нейтралізованого за фенолфталеїном, старанно перемішують для максимального розчинення вільних жирних кислот і титрують розчином КОН до появи рожевого забарвлення, яке не зникає після струшування (забарвлення не повинно зникати на протязі 0,5-1 хв).

Кількість КОН, мг, або кислотне число (КЧ), яке пішло на титрування вільних жирних кислот в 1 г жиру, рівне

$$\text{КЧ} = A fQ/a, \text{ де:}$$

A – об'єм 0,1 моль/л розчину КОН, який пішов на титрування дослідної проби;

a – наважка жиру, г;

f – коефіцієнт поправки на титр 0,1 моль/л розчину КОН;

Q – кількість КОН (5,61 мг), еквівалентна 1 мл 0,1 моль/л розчину КОН.

Дослід 2. *Визначення йодного числа*

Йодне число — це кількість грамів йоду, потрібного для насичення ненасичених жирних кислот, що містяться в 100 г жиру.

Йодне число є одним з найважливіших показників для жирів. Воно дає уявлення про ступінь ненасиченості жиру, про його здатність до висихання, згіркнення та інших видозмін, що відбуваються у процесі зберігання і переробки харчових і технічних жирів. Що більше в жирі ненасичених жирних кислот, то вище йодне число. Зменшення йодного числа під час зберігання жирів є показником їх псування.

Хід роботи. В першу колбу поміщають наважку жиру 0,1-0,2 г (дослідна проба), в другу – 0,1-0,2 мл води (контрольна проба), додають по 10 мл спиртового розчину йоду і перемішують. Через 15 хвилин вміст колб відтитровують розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ спочатку до появи блідо-жовтого забарвлення, а потім, додавши 1 мл розчину крохмалю, титрують до зникнення синього забарвлення.

Йодне число вираховують за формулою:

$$\text{ЙЧ} = (\text{В} - \text{А})fQ \cdot 100/(\text{а} \cdot 1000), \text{ де:}$$

$\text{В} - \text{А}$ – різниця результатів титрування контрольного і дослідного зразків в розчині 0,05 моль/л $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, мл;

а – наважка досліджуваного жиру, г;

f – коефіцієнт поправки на титр 0,05 моль/л розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;

Q – кількість I_2 (12,69 мг), еквівалентне 1 мл 0,05 моль/л розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Дослід 3. Визначення числа омилення

Число омилення показує кількість вільних і зв'язаних жирних кислот в жирах. Визначається шляхом взаємодії жиру з лугом.

Хід роботи. В одну колбу (дослідна проба) поміщають 0,5 г жиру, в другу (контрольна проба) – 0,5 мл води. В обидві колби доливають по 15 мл спиртового розчину КОН і кип'ятять із зворотним холодильником на водяній бані на протязі 50 хвилин до повного омилення гліцеридів і нейтралізації вільних жирних кислот.

Потім в обидві колби доливають по 10 крапель розчину фенолфталеїну і титрують в теплому вигляді розчином HCl до зникнення рожевого забарвлення (до нейтральної реакції).

Кількість КОН (мг) або число омилення (ЧО), яка пішла на нейтралізацію вільних жирних кислот в 1 г жиру, дорівнює

$$\text{ЧО} = (\text{В} - \text{А}) fQ/\text{а}, \text{ де:}$$

$\text{В} - \text{А}$ – різниця результатів титрування контрольного і дослідного зразків розчином 0,5 моль/л HCl , мл;

а – наважка досліджуваного жиру, г;

f – коефіцієнт поправки на титр 0,5 моль/л розчину HCl ;

Q – кількість КОН (28,05 мг), еквівалентна 1 мл 0,5 моль/л розчину КОН.

Дослід 4. Визначення ефірного числа

Ефірним числом називається число міліграмів калій гідроксиду, необхідне для нейтралізації всіх жирних кислот, які утворюються при омиленні триацилгліцеролів, які містяться в 1 г жиру.

Це число визначають як різницю між числом омилення даного жиру і його кислотним числом.

Завдання для самостійної роботи

1. Дайте визначення ліпідів. Класифікація ліпідів.
2. Нейтральні жири: будова, хімічні властивості.
3. Дайте характеристику восків тваринного походження.
4. Фосфоліпіди: будова, класифікація.
5. Мила: класифікація, одержання, хімічні властивості.
6. Поясніть залежність між жирнокислотним складом і фізико-хімічними властивостями триацилгліцеролів.
7. Вкажіть, з якою метою визначають основні константи жиру.
8. Охарактеризуйте холестерол та його ефіри, запишіть формули.
9. Вкажіть на різницю в структурі і властивостях насичених і ненасичених жирних кислот. Наведіть приклади.
10. В печінці порушується синтез жовчних кислот, і вони в недостатній кількості надходять в кишечник. Поясніть, які процеси обміну ліпідів будуть при цьому порушуватися.
11. Охарактеризуйте мембранні структури, утворені полярними ліпідами.

Лабораторна робота № 24

ВИЗНАЧЕННЯ ЖИРУ В ВЕРШКОВОМУ МАСЛІ

Метод базується на вимірюванні показника заломлення розчину жиру в органічному розчиннику з відомим і більш високим, ніж для жиру, показником заломлення, наприклад в α -монобромнафталіні.

Проведення аналізу.

В хімічному стакані зважують 10,0 г вершкового масла. За допомогою піпетки додають 5,0 см α -монобромнафталіну, стакан нагрівають на водяній бані до температури 40°C, щоб розтопилось масло. Для зневоднення масла та видалення білків до проби додають 2–3 г натрію сульфату, суміш ретельно розтирають скляною паличкою протягом 2–3 хвилин. Після осадження білків на дно стакану, 2–3 краплі прозорої рідини наносять капіляром на нижню призму рефрактометра, після чого опускають верхню призму і вимірюють показник заломлення при $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$ з точністю до $\pm 0,0001$.

Проведення розрахунків.

Вимірювання проводять 2–3 рази і розраховують середнє арифметичне значення показника заломлення. Вміст жиру в аналізованому маслі (%) розраховують за формулою:

$$Q = \frac{V \times d \times (n_1 - n_2) \times 100}{m \times (n_2 - n_3)}$$

V – об'єм розчинника, см^3 ; d – густина жиру при 20°C ($0,920 \times 10^3 \text{ кг/м}^3$); m – маса аналізованої проби вершкового масла, г; n_1 — показник заломлення α -монобромнафталіну (1,6580 при 20°C); n_2 — показник заломлення розчину жиру в α -монобромнафталіні; n_3 - показник заломлення жиру (1,4606-1,4640 при 20°C).

За вказаним рівнянням можна вирахувати показник заломлення розчинів жиру в α -монобромнафталіні в залежності від вмісту жиру в вершковому маслі/

n_2	Вміст жиру, ваг. %	n_2	Вміст жиру, ваг. %
1,5285	90,5	1,5400	70,3
1,5290	89,5	1,5410	68,9
1,5300	87,5	1,5420	67,4
1,5310	85,6	1,5430	66,0
1,5320	83,7	1,5440	64,4
1,5330	81,9	1,5450	63,3
1,5340	80,1	1,5460	62,0
1,5350	78,3	1,5470	60,8
1,5360	76,7	1,5480	59,5
1,5370	75,0	1,5490	58,3
1,5380	73,4	1,5500	56,4
1,5390	71,9		

Лабораторна робота №25

ПОВЕРХНЕВІ ЯВИЩА ТА АДСОРБЦІЯ

Однією з важливих властивостей є процеси сорбції.

Сорбція – це процес поглинання газів, парів і розчинних речовин твердими тілами і рідинами. Речовину, яка поглинає, називають *сорбентом*. Речовина, яку поглинають, називають *сорбтивом*.

Існує чотири види сорбції:

а) **адсорбція** – це поглинання речовини з газового або рідкого середовища поверхневим шаром твердої речовини або рідини. Серед усіх видів сорбції має найбільше значення;

б) **абсорбція** – поглинання якої-небудь речовини з оточуючого середовища всією масою адсорбента;

в) **капілярна конденсація** – сорбція парів високопористими тілами;

г) **хемосорбція** – це поглинання речовини поверхнею якого-небудь тіла в результаті утворення хімічного зв'язку між молекулами речовини і хемосорбента.

Адсорбція широко представлена в навколишній природі, а також досить часто використовується людиною в різних сферах її діяльності. Засвоєння

поживних речовин з оточуючого середовища починається з адсорбції цих речовин на поверхні найпростіших організмів, засвоєння поживних речовин клітинами вищих організмів починається адсорбцією цих речовин з внутрішнього середовища поверхнею клітинної протоплазми. На явищі адсорбції базується використання багатьох лікарських речовин в медицині і ветеринарії.

Адсорбція лежить в основі хроматографічного аналізу. Це фізико-хімічний метод розділення і аналізу суміші речовин, що базується на різній сорбції компонентів аналізованої суміші певним сорбентом. Метод хроматографії розробив М.С.Цвет у 1903 році.

Порядок виконання роботи

Дослід 1. Адсорбція фуксину на склі

Колбу наповнюють доверху розчином фуксину і залишають на 10-15 хвилин, потім розчин зливають і колбу багато разів миють до того часу, поки промивна вода стане зовсім безбарвною. В колбу наливають 15-20 мл спирту і струшують її на протязі 1,5-2 хвилин. Спирт забарвлюється в рожево-червоний колір за рахунок переходу в нього раніше адсорбованого на стінках колби фуксину.

Дослід 2. Хроматографічний розподіл рослинних пігментів на папері

Беруть 2 г дрібно порізаних свіжих листків, переносять їх у фарфорову ступку і додають невелику кількість скляного піску і трошки крейди (для нейтралізації органічних кислот, що знаходяться у рослинних соках). До одержаної суміші невеликими порціями додають 10 мл ацетону, безперервно розтираючи вміст ступки. Коли в ступці утвориться однорідна маса, її фільтрують через паперовий фільтр в хімічний стакан.

У відфільтрований ацетоновий екстракт з листків опускають на 2-3 мм смужку фільтрувального паперу, закріплену за допомогою скріпки на скляній паличці. Смужка паперу не повинна торкатися стінок стакана. Через 20-30 хвилин спостерігають зональний розподіл різнозбарвлених рослинних пігментів на фільтрувальному папері.

Контрольні питання і завдання для самостійної роботи

1. Що таке сорбція? Назвіть основні види сорбції.
2. Що називається адсорбцією?
3. Значення адсорбції для тваринного організму.
4. Що лежить в основі методу хроматографічного аналізу?
5. Вільна енергія поверхні розділу фаз.
6. Адсорбція на поверхні розділу тверде тіло-газ.
7. Ізотерма адсорбції.
8. Адсорбція на поверхні розділу рідина-газ.
9. Адсорбція на поверхні розділу тверде тіло-рідина.

Тестові завдання для самоконтролю

з розділу Біоорганічні сполуки.

1. Речовини, в складі молекул яких є група $-\text{NH}_2$, належать до:
 - а) амінів;
 - б) нітросполук;
 - в) кетонів;
 - г) альдегідів.
2. Аланін можна одержати при дії аміаку на:
 - а) пропанову кислоту;
 - б) 2 – гідроксипропанову кислоту;
 - в) 2 – хлорпропанову кислоту;
 - г) 2 – нітропропену кислоту.
3. При гідролізі крохмалю утворюється:
 - а) α - глюкоза;
 - б) β – глюкоза;
 - в) сахароза;
 - г) α - моноза.

10. Під час денатурації білка:

- а) структура білків залишається незмінною;
- б) руйнується первинна структура білка;
- в) руйнується вторинна та третинна структура білка;
- г) свій варіант відповіді.

11. Целюлоза є продуктом:

- а) циклізації глюкози;
- б) поліконденсації глюкози;
- в) ізомеризації глюкози;
- г) полімеризації фруктози.

12. Сполука $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{COOH}$ є кислотою:

- а) амінооцтовою;
- б) амінопропіоною;
- в) аміномасляною;
- г) аміновалеріаноною.

13. Рідкі жири містять переважно:

- а) насичені карбонові кислоти;
- б) ненасичені карбонові кислоти;
- в) дикарбонові кислоти;
- г) гідроксикислоти.

14. Тверді жири містять переважно:

- а) насичені карбонові кислоти;
- б) ненасичені карбонові кислоти;
- в) дикарбонові кислоти;
- г) гідроксикислоти.

15. Твердий жир можна отримати в результаті дії на рідкі рослинні масла:

- а) гідроксиду натрію;
- б) сульфатної кислоти;
- в) води в присутності кислот;
- г) гідрогену.

16. При гідролізі жиру в кислому середовищі утвориться:

- а) суміш карбонових кислот;
- б) гліцерол та карбонові кислоти;
- в) етиленгліколь та карбонові кислоти;
- г) мило та гліцерол.

17. Реакцію каталітичного гідрування жирів використовують для отримання:

- а) маргарину;
- б) карбонових кислот;
- в) мила;
- г) гліцеролу.

18. Моносахариди за хімічною будовою належать до:

- а) естерів гліцеролу;
- б) альдегідів та кетоспиртів;
- в) оксикислот;
- г) амінопохідні глюкози.

19. До тріоз належить моносахарид:

- а) глюкоза;
- б) фруктоза;
- в) рибоза;
- г) гліцериновий альдегід.

20. До пентоз належить моносахарид, що зустрічається у складі нуклеїнових кислот:

- а) глюкоза;
- б) фруктоза;
- в) рибоза;
- г) галактоза

21. Кількість стереоізомерів моносахаридів зумовлена:

- а) наявністю кетонної чи альдегідної групи;
- б) кількістю атомів Карбону в молекулі вуглеводу фруктоза;
- в) кількістю асиметричних атомів Карбону;

г) наявністю вторинних спиртових.

22. Молекула сахарози побудована із залишків:

- а) α -D-глюкози та α -D-глюкози (зв'язок 1 \rightarrow 4);
- б) α -D-глюкози та β -D-глюкози (зв'язок 4 \rightarrow 1);
- в) α -D-глюкози та β -D-галактози (зв'язок 4 \rightarrow 1);
- г) α -D-глюкози та β -D-фруктози (зв'язок 1 \rightarrow 2).

23. Молекула мальтози побудована із залишків:

- а) α -D-глюкози та α -D-глюкози (зв'язок 1 \rightarrow 4);
- б) α -D-глюкози та β -D-глюкози (зв'язок 4 \rightarrow 1);
- в) α -D-глюкози та β -D-галактози (зв'язок 4 \rightarrow 1);
- г) 2-х молекул α -D-глюкози (зв'язок 1 \rightarrow 1).

24. Молекула целобіози побудована із залишків:

- а) α -D-глюкози та α -D-глюкози (зв'язок 1 \rightarrow 4);
- б) 2-х молекул β -D-глюкози (зв'язок 4 \rightarrow 1);
- в) α -D-глюкози та β -D-глюкози (зв'язок 4 \rightarrow 1);
- г) 2-х молекул α -D-глюкози (зв'язок 1 \rightarrow 1).

25. Проміжним продуктом гідролізу клітковини є дисахарид:

- а) трегалоза;
- б) сахароза;
- в) целобіоза;
- г) галактоза.

26. Аміни є продуктами заміщення водню в молекулі:

- а) гідроксаміну;
- б) гідразину;
- в) аміаку;
- г) фенілгідразину.

27. Укажіть назву вторинного аміну:

- а) етилметилпропіламін;
- б) триметиламін;
- в) діетиламін;

г) триетиламін.

28. Укажіть речовини, з якими реагує гліцин:

а) з бромною водою, натрій гідроксидом, бромоводнем;

б) з етанолом, хлороводнем, натрій гідроксидом;

в) з метаналем, ацетиленом, етанолом;

г) з метаном, бенzenом, пропанолом.

29. Укажіть кількість пептидних зв'язків у молекулі трипептиду, утвореного 2-амінопропіоновою кислотою:

а) 4;

б) 3;

в) 2;

г) 1.

30. Для аналітичного виявлення білка використовують:

а) реакцію Зініна;

б) реакцію Лебедева;

в) реакцію Коновалова;

г) біуретову реакцію.

31. Укажіть функціональні групи, які зумовлюють амфотерність білків:

а) альдегідна і гідроксильна;

б) карбоксильна і гідроксильна;

в) карбоксильна й аміногрупа;

г) аміногрупа і гідроксильна.

32. Анілін належить до:

а) третинних амінів;

б) первинних ароматичних амінів;

в) вторинних аліфатичних амінів;

г) втор. ароматичних амінів.

33. До складу білків не входять амінокислоти:

а) валін;

б) γ -аміномасляна кислота;

- в) аргінін;
- г) β -аланін.

34. При нагріванні α -амінокислот утворюється речовина:

- а) лактам;
- б) лактид;
- в) дикетопіперазин;
- г) ненасичена карбонова кислота

35. До складу молекули гемоглобіну, хлорофілу входить:

- а) фуран;
- б) піримідин;
- в) пірол;
- г) піридин

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Я.П. Скоробогатий, А.В. Гузій, О.М. Заверуха Харчова хімія : Навчальний посібник / - Львів : «Новий Світ - 2000», 2020. 514 с.
2. А.С. Сегеда. Аналітична хімія. Якісний і кількісний аналіз. – К.:ЦУЛ – 2003.–524 с.
3. Набиванець, В.В. Сухан., Л.В. Карабіна. Аналітична хімія природного середовища. – Київ “Либідь” – 1996.
4. Ластухін Ю.О., Воронов С.А. Органічна хімія. Підручник для вищих навчальних закладів.– Львів.: Центр Європи, 2006.
5. Кононський О.І. Органічна хімія.– К.:Дакор, 2003.
6. Кузьма Ю.Б., Ломницька Я.Ф., Чабан Н.Ф. Аналітична хімія – Львів: в-во ЛНУ ім. І. Франка, 2001
7. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу: Навчальний посібник /Т.А. Пальчевська, А.П. Строкань, Г.В. Тарасенко, О.І. Майборода, Г.Г. Куришко. - К.: КНУТД, 2013. - 237 с.
8. Лабораторні роботи з курсу “Аналіз природних об’єктів і продуктів харчування”. Частина 1. — Ужгород, Ужгородський національний університет, 2005. - 50 с. Наклад 100 примірників.
9. Кузнецова, Т. О. Харчова хімія. Лабораторний практикум. Частина I : навчальний посібник / Т. О. Кузнецова, І. М. Гурікова. - Х. : ХДУХТ, 2010. - 150 с.
10. Роговик Л.Й. Крачан Т.М. Органічна хімія: навчальний посібник для студентів природничих спеціальностей / Л.Й. Роговик, Т.М. Крачан. Кам'янець-Подільський, 2020. 145 с.

Навчальне видання

КРАЧАН Тетяна Михайлівна
ЯМБОРАК Раїса Семенівна
ТРОФІМОВА Лілія Станславівна
ТЕРЕЩЕНКО Світлана Вікторівна

ХАРЧОВА ХІМІЯ

Методичні рекомендації
до виконання лабораторних робіт

У.д.а. 6,04 Тираж 25 прим.