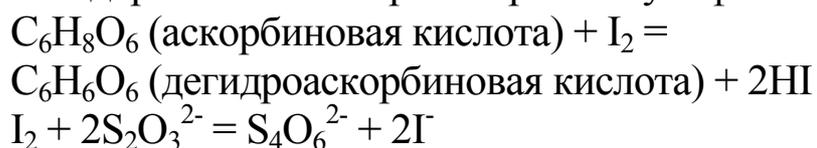


АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ
Лабораторная работа №1
ОПРЕДЕЛЕНИЕ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В
ОВОЩАХ

Аскорбиновая кислота или витамин С является углеводом ряда *L*- глицеринового альдегида. Ее биологическая роль связана со способностью участвовать в реакциях окисления-восстановления. Аскорбиновая кислота содержится в ряде продуктов растительного происхождения, в том числе, в овощах и фруктах.

Определение аскорбиновой кислоты проводится обратным йодометрическим титрованием. На первом этапе к раствору аскорбиновой кислоты добавляется избыток йода, который затем оттитровывается с помощью стандартизованного раствора тиосульфата:



Приготовление рабочего раствора тиосульфата натрия
Na₂S₂O₃.

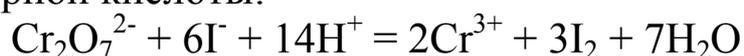
Рабочий раствор тиосульфата натрия готовится путем растворения навески пятиводного тиосульфата натрия **Na₂S₂O₃·5H₂O** в определенном объеме дистиллированной воды. К раствору также добавляют небольшое количество (0.1 г на литр раствора) карбоната натрия. В данной работе используется готовый стандартный раствор тиосульфата натрия.

Приготовление стандартного раствора бихромата калия
K₂Cr₂O₇.

Стандартный раствор бихромата калия с концентрацией $C(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1000$ моль/л в лаборатории готовится либо по точной навеске, либо из “стандарт-титра”. В данной работе используется готовый стандартный раствор бихромата калия .

Определение концентрации рабочего раствора тиосульфата.

Стандартизацию раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ проводят методом обратного титрования. Для этого к раствору тиосульфата добавляют избыток иодида калия, который затем оттитровывают стандартным раствором бихромата калия в присутствии серной кислоты:



Непосредственно перед проведением титрования бюретку ополаскивают рабочим раствором тиосульфата и затем заполняют этим же раствором. В колбу для титрования вносят 10 мл раствора KI (10%) и 20 мл 1 М раствора серной кислоты. При появлении желтого окрашивания в колбу добавляют 1 каплю рабочего раствора тиосульфата. Затем в колбу добавляют 10 мл стандартного раствора бихромата, закрывают ее стеклом и на 5 мин ставят в затемненное место. После этого добавляют в колбу около 50 мл дистиллированной воды и титруют рабочим раствором тиосульфата. Титрование проводят до соломенно-желтой окраски, а затем в раствор вносят 20 капель раствора крахмала. После этого раствор приобретает синюю окраску. Его титруют раствором тиосульфата до исчезновения этой окраски. Титрование повторяют 3 раза. Расчет концентрации раствора тиосульфата проводят по формуле:

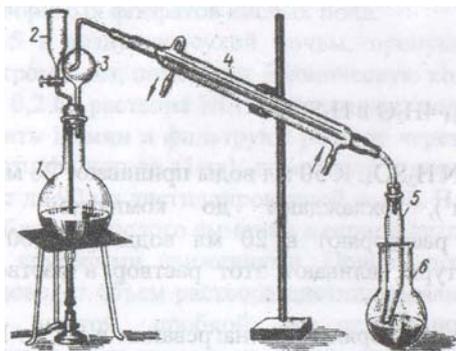
$$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{0.1 \cdot 10.00}{\bar{V}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}, \text{ моль/л}$$

где $\bar{V}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ - среднее значение объема титранта.

Определение концентрации аскорбиновой кислоты в овощах.

Для проведения работы необходимо принести не менее 50 г. капусты (свежей, мороженной, квашенной) или болгарского перца. Навеску овощей размалывают и выжимают сок. Выжатый сок переводят в мерную колбу и разбавляют дистиллированной водой до метки.

Перед проведением анализа рабочие растворы, йода в KI и тиосульфата, разбавляют в 10 раз. Для этого в мерную колбу на 100 мл отбирают аликвоту объемом 10 мл, после чего в колбу доливают дистиллированную воду до метки.



В две колбы для титрования помещают 20 мл дистиллированной воды (холостая проба) и 20 мл пробы сока, соответственно. Затем в каждую колбу добавляют 4 мл 6 М серной кислоты и 10 мл приготовленного, путем разбавления, раствора йода в KI. Титрование проводят 3 раза и рассчитывают средний объем V_1 пошедший на холостую пробу и V_2 на пробу сока.

Содержание аскорбиновой кислоты в пробе рассчитывают по формуле:

$$m = (V_1 - V_2) \cdot C_{Na_2S_2O_3} \cdot 2 \cdot 0,176 \frac{V_k}{V_{ал}}$$

где 176.1 г/моль – эквивалент аскорбиновой кислоты, где:

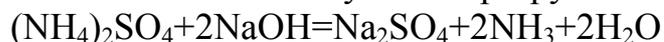
V_1 и V_2 – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованные на титрование контрольной пробы и сока соответственно, мл;

$C_{N_2S_2O_3}$ - концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/л;
0,176- моль аскорбиновой кислоты

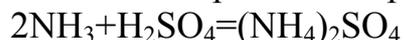
Лабораторная работа №2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА ПО МЕТОДУ КЬЕЛЬДАЛЯ В МУКЕ (КРУПЕ)

Определяя азот по методу Кьельдаля, органическое вещество кипятят с концентрированной серной кислотой. Образующийся при этом оксид углерода улетучивается, а азот переходит в сульфат аммония. Аммонийную соль разрушают щелочью при нагревании:



Аммиак отгоняется в приемник, где он поглощается отмеренным объемом титрованного раствора серной кислоты:



Остаток серной кислоты, не вошедший в реакцию, обратно оттитровывают раствором щелочи. По количеству связанной аммиаком кислоты вычисляют содержание азота.

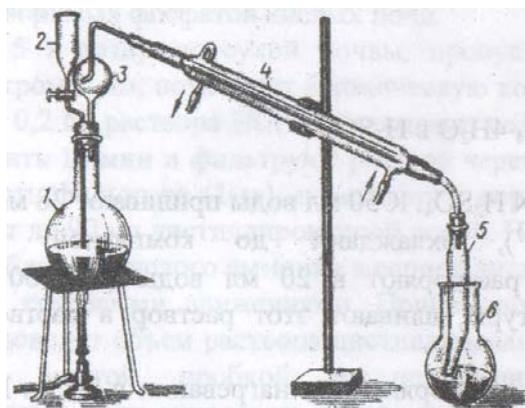


Рисунок 1. Прибор для отгонки аммиака
1 - колба для сжигания; 2 - воронка; 3 - каплеуловитель; 4 - холодильник; 5 - алонж; 6 - приемник.

Ход определения: Точную навеску муки (1г.) перенести в колбу для сжигания. Прилить 20 мл концентрированной серной кислоты. Можно добавить 1г. CuSO_4 (катализатор) и 5 г. сульфата калия для повышения температуры кипения и ускорения процесса окисления. Кипятят до тех пор, пока окраска раствора из темно-бурой не перейдет в прозрачно-голубую.

Дать раствору остыть, добавить немного воды, присоединить колбу 1 к холодильнику 4 через каплеуловитель 3 и, пользуясь воронкой 2, прилить 100 мл раствора NaOH (или KOH) с массовой долей 50 % (добавлять по каплям). В приемник 6 отмерить 40-50 мл 0,1 N H_2SO_4 , прибавить 2-3 капли метилового оранжевого. Конец алонжа 5 должен быть погружен в титрованный раствор серной кислоты. Постепенно подогревая колбу, приступить к отгонке аммиака. Отогнав не менее $\frac{2}{3}$ первоначального объема жидкости, конец алонжа вынуть из раствора серной кислоты, обмыть дистиллированной водой над приемником и сделать пробу на полноту отгонки аммиака. для этого каплю жидкости, вытекающей из холодильника, нанести на лакмусовую бумажку. Если она не посинеет, отгонку прекратить.

Остаток несвязанной серной кислоты оттитровать в приемнике 0,1 N NaOH . Массовую долю (%) азота вычислить по формуле:

$$\omega(N) = \frac{(V_{\text{H}_2\text{SO}_4} - V_{\text{NaOH}}) \cdot 0,1 \cdot 0,014}{m} \cdot 100$$

, где m -масса навески, $V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - серной кислоты в приемнике, V_{NaOH} – объем гидроксида натрия, пошедшего на титрование.