

2.6 Лабораторная работа №5. Определение массовой доли сахаров перманганатным методом.

Тема: Определение массовой доли сахаров перманганатным методом.

Цель: Научить определять массовую долю сахаров перманганатным методом.

Ход работы

Определение сахаров проводят, контролируя правильность вложения молока, сахарозы и общего сахара, а также крахмалосодержащих продуктов. Норму вложения молока определяют по лактозе, которую учитывают по редуцирующей способности водной вытяжки из исследуемого объекта. При этом пренебрегают другими редуцирующими веществами, если они содержатся в незначительном количестве.

Редуцирующими сахарами до гидролиза дисахаридов называют сумму всех сахаров (лактозы, глюкозы, фруктозы, мальтозы, инвертного сахара), восстанавливающих щелочной раствор меди и других поливалентных металлов. Содержание редуцирующих сахаров принято выражать условно в инвертном сахаре.

Общим сахаром, или редуцирующими сахарами после гидролиза дисахаридов, называют сумму всех сахаров, восстанавливающих щелочной раствор меди и получившихся при нагревании с соляной кислотой раствора, содержащего редуцирующие сахара и дисахариды. При исследовании кулинарных изделий общий сахар выражают в инвертном сахаре, а при анализе полуфабрикатов из муки (тесто), тортов и пирожных, а также сдобных булочных и кондитерских изделий, некоторых сладких блюд – в сахарозе.

Для расчета собственно сахарозы разницу между содержанием общего сахара после гидролиза дисахаридов и редуцирующих сахаров до гидролиза умножают на коэффициент 0,95.

Перманганатным методом определяют сахар в полуфабрикатах тортов и пирожных, изделиях из теста. Метод основан на окислении сахаров реактивами, в состав которых медь входит в виде растворимого комплексного соединения. Оно образуется при смешивании равных объемов раствора серно-кислой меди (Фелинг №1) щелочного раствора калия-натрия винно-кислого (Фелинг №2). При нагревании жидкость Фелинга окисляет редуцирующие сахара, в результате чего окись меди восстанавливается до закиси. Закись меди растворяют кислым раствором железоаммонийных квасцов или серно-кислого окисного железа, при этом закись меди восстанавливает серно-кислое окисное железо в серно-кислое закисное

железо, которое оттитровывают раствором марганцово-кислого калия. По объему марганцово-кислого калия рассчитывают количество восстановленной меди, а затем, пользуясь специальными таблицами, находят количество сахара.

Имеется несколько модификаций перманганатного метода, которые отличаются концентрацией растворов, продолжительностью окисления и др. и согласно ГОСТам используются для определения редуцирующих сахаров в разных полуфабрикатах и изделиях.

1. Приготовление сахарного раствора для исследования.

При использовании перманганатного метода находят общий сахар после гидролиза сахарозы и выражают его в сахарозе на сухое вещество. Сахар из навески извлекают теплой водой, осаждают несакхара и проводят гидролиз сахарозы. Навеску измельченного полуфабриката взвешивают с точностью до $\pm 0,001$ г из расчета, чтобы в 100 см исследуемого раствора содержалось 0,4 г сахаров.

Массу навески (m) вычисляют по формуле:

$$m = \frac{0,4 * V}{P}, \quad (1)$$

где V – вместимость колбы, см;

P – предполагаемое содержание общего сахара, %.

Реактивы. 0,5 моль/дм³ раствор серно-кислого цинка; 1,0 моль/дм³ раствор гидроокиси натрия; 0,5 моль/дм³ раствор соляной кислоты; концентрированная соляная кислота; 20 %-ный раствор гидроокиси натрия; 0,1 %-ный раствор метилового оранжевого; 1 %-ный спиртовой раствор фенолфталеина.

Аппаратура, материалы. Термометр ртутный стеклянный лабораторный на 100 °С; химические стаканы вместимостью 500 см³; колбы мерные вместимостью 100 и 250 см³; мерные цилиндры вместимостью 5 и 100 см³; пипетки вместимостью 5 и 50 см³; воронки.

Техника работы. Навеску взвешивают в стакане вместимостью 50 см, добавляют в нее дистиллированную воду, нагретую до 60...70°С. Если полуфабрикат растворяется без остатка (сахарные сиропы, желе, помада), то раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Остатки навески смывают дистиллированной водой, доливают колбу водой до метки и хорошо перемешивают жидкость.

Если полуфабрикат содержит вещества, не растворимые в воде (белки, жиры, крахмал и т.п.), навеску из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, смывая частицы 125...150 см³ воды.

Колбу с навеской помещают в водяную баню, нагретую до 60°C, и, периодически взбалтывая содержимое, выдерживают при этой температуре в течение 15 мин.

Смесь охлаждают и добавляют для осаждения несхаров 10 см³ 0,5 моль/дм³ раствора серно-кислого цинка, если масса навески была менее 5 г, и 15 см³, если масса навески более 5 г, и такой объем 1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, который установлен при предварительном титровании 10 (или 15) см³ серно-кислого цинка в присутствии фенолфталеина. Содержимое колбы хорошо перемешивают, доводят дистиллированной водой до метки и оставляют на 10...15 мин. Жидкость фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу. Фильтрат должен быть прозрачным.

Проводят гидролиз сахарозы, для чего в мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 50 см³ полученного раствора, проверяют реакцию среды, прибавив одну-две капли метилового оранжевого. Если раствор щелочной, то добавляют по каплям 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты до появления розового окрашивания. Затем приливают 2,5 см³ концентрированной соляной кислоты, опускают в колбу термометр, помещают ее на баню, нагретую до 80°C, доводят температуру раствора в течение 2...3 мин до 67...70°C и при этой температуре выдерживают точно 5 мин. Содержимое колбы быстро охлаждают до комнатной температуры, удаляют термометр, предварительно ополоснув его дистиллированной водой, нейтрализуют соляную кислоту 20 %-ным раствором гидрата окиси натрия в присутствии метилового оранжевого до появления желто-оранжевого окрашивания.

Раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. В полученном растворе определяют общий сахар после гидролиза сахарозы перманганатным методом.

2 Определение сахара перманганатным методом Бертрана

Реактивы. Фелинг №1; перекристаллизованную серно-кислую медь (69,28 г) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³; Фелинг №2; винно-кислый калий-натрий (346 г) растворяют при слабом нагревании в 400...500 см³ дистиллированной воды, прибавляют 100 г гидроокиси натрия, растворенного в 200...300 см³ дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки; раствор железомонийных квасцов, насыщенный при комнатной температуре. Один объем раствора смешивают с

одним объемом серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:10. Раствор квасцов не должен содержать солей закисного железа; при прибавлении к раствору одной-двух капель раствора марганцово-кислого калия розовая окраска не должна исчезать в течение 1 мин; раствор марганцово-кислого калия; марганцово-кислый калий (5г) растворяют в свежeproкипяченной охлажденной дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Раствор хранят в темной склянке. Через 8-14 дней раствор фильтруют через стеклянную вату или асбест; 1 см³ этого раствора соответствует 10 мг меди. Для установки поправочного коэффициента 0,2483 г щавелевой кислоты растворяют в 50 см³ дистиллированной воды, прибавляют 25 см³ серной кислоты, разбавленной в соотношении 2:5, нагревают до 50°C и титруют раствором марганцово-кислого калия.

Поправочный коэффициент К вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V}, \quad (2)$$

где V – объем раствора марганцово-кислого калия, израсходованный на титрование щавелевой кислоты, см³.

25 – объем марганцово-кислого калия, соответствующий 0,2483 г щавелевой кислоты, см³.

Аппаратура, материалы. Стеклянный или пластмассовый насос водоструйный лабораторный; фильтр стеклянный с пластиной №4 из пористого стекла; термометр ртутный стеклянный лабораторный до 100°C; бюретка вместимостью 25 см³; колбы для фильтрования под вакуумом вместимостью до 500 см³; конические колбы вместимостью 100, 200 и 250 см³, пипетки на 5, 10, 15, 50 см³, цилиндр вместимостью 50 см³; фарфоровые чашки вместимостью 50...100 см³.

Техника работы. В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят пипетками 25 см³ раствора сернокислой меди, 25 см³ раствора винно-кислого калия-натрия и 50 см³ дистиллированной воды. Смесь быстро доводят до кипения и, не прекращая нагревания, приливают 25 см³ раствора исследуемого изделия, после чего доводят жидкость до кипения и кипятят ровно 2 мин.

Жидкость фильтруют через стеклянный фильтр, вставленный в колбу для фильтрования под вакуумом, избегая переноса осадка на фильтр. Колбу через предохранительную склянку соединяют с водоструйным насосом и

проводят фильтрацию с отсасыванием. Для предохранения закиси меди от окисления нужно следить за тем, чтобы осадок на дне колбы был покрыт жидкостью, поэтому колбу держат в наклонном положении.

Осадок в колбе и на фильтре несколько раз промывают горячей прокипяченной дистиллированной водой (5-10 см³) до исчезновения голубого оттенка в промывных водах (кипятят воду для удаления кислорода).

Окончив промывание, фильтр вставляют в чистую колбу для отсасывания. В коническую колбу с осадком закиси меди добавляют цилиндром 30...50 см³ железо-аммонийных квасцов, перемешивают до растворения закиси меди и переносят раствор на фильтр, предварительно отсоединив водоструйный насос. После растворения всей закиси меди присоединяют водоструйный насос и фильтр промывают несколько раз небольшими порциями горячей дистиллированной воды, давая каждый раз жидкости стечь с фильтра.

Фильтр удаляют из колбы. К фильтрату приливают цилиндром 25...30 см³ серной кислоты 1:10 и титруют раствором марганцово-кислого калия до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Объем марганцово-кислого калия умножают на 10 и на поправочный коэффициент К, а затем по таблице 1 (приложение А) находят количество мг инвертного сахара в 25 см³ исследуемого раствора.

Массовую долю общего сахара (X, %), выраженную в сахарозе, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле

$$X = \frac{a * V_1 * V_2 * 100}{25 * m * 100 * 1000} * \frac{0,95 * 100}{100 - W}, \quad (3)$$

где а – масса инвертного сахара, найденная по таблице 1, мг;

V₁ – объем мерной-колбы, в которую перенесена навеска, см³;

V₂ – объем мерной колбы, в которой проводилась инверсия сахарозы, см³;

m – масса навески, г;

25 – объем исследуемого раствора, см³;

1000 – коэффициент пересчета инвертного сахара в г;

100 в знаменателе – объем раствора, взятый для инверсии, см³;

0,95 – коэффициент пересчета инвертного сахара на сахарозу;

W – влажность изделия, %.

Контрольные вопросы

1. Назовите методы определения сахаров.

2. Объясните суть перманганатного метода.
3. Изложите технику приготовления сахарного раствора (вытяжки) для исследования.
4. Объясните методику расчета массы навески.
5. Изложите технику определения сахара в полуфабрикатах тортов и пирожных.
6. Объясните методику расчета массовой доли общего сахара

Порядок выполнения лабораторной работы

При выполнении лабораторной работы проводятся следующие опыты:
Определение сахара перманганатным методом Бертрана.

Требования к отчету по лабораторной работе

Отчет по лабораторной работе выполняется в лабораторной тетради и должен содержать:

- Номер лабораторной работы;
- Тему лабораторной работы;
- Цель лабораторной работы;
- Технику проведения вышеперечисленных опытов;
- Заключение по результатам каждого опыта.

Общие правила поведения и работы в химической лаборатории

1. Рабочее место содержать в чистоте и порядке. Нельзя класть на него посторонние предметы.
2. Перед выполнением каждого опыта ознакомиться с его описанием.
3. Для опыта брать всегда столько реактива, сколько указано в описании или преподавателем.
4. Если вы пролили (рассыпали) реактив или он попал на одежду, лицо, руки, немедленно сообщите об этом преподавателю или лаборанту.
5. Использованные фильтры, реактивы и т.п. собирать в специально отведенную емкость.
6. Категорически запрещается пробовать любые реактивы на вкус.
7. В химическом кабинете нельзя принимать пищу.
8. Запрещается использовать химическую посуду для питья воды.