2.7 Лабораторная работа №6. Определение массовой доли сахаров йодометрическим методом.

Тема: Определение массовой доли сахаров йодометрическим методом.

Цель: Выработать умение определять массовую долю сахаров йодометрическим методом.

Ход работы

Углеводы определяют в молочных продуктах, в рецептуру которых входит сахар. Йодометрический метод используется при контроле творожных изделий, кремов, кисломолочных продуктов, мороженого и шоколадного масла.

Йодометрический метод основан на окислении редуцирующих сахаров (лактоза, глюкоза), содержащих альдегидную группу, йодом в щелочной среде.

Массовую долю сахарозы определяют по разности между количеством взятого и неизрасходованного йода, определяемого титрованием тиосульфатом натрия. Метод является арбитражным.

Реактивы: раствор йода, $C_{_{3KB}}=0,1000$ моль/дм³; раствор NaOH, $C_{_{3KB}}(NaOH)=1,000$ моль/дм³; раствор $Na_2S_2O_3$, $C_{_{3KB}}(Na_2S_2O_3)=0,1000$ моль/дм³; раствор соляной кислоты, $C_{_{3KB}}(HCI)=0,5$ моль/дм³; раствор крахмала, w=1%; раствор Фелинга (69,26 г перекристаллизованного сульфата меди, не содержащего железа, взвешивают и растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3).

Аппаратура, материалы: весы технические, мерные колбы вместимостью $100~{\rm cm}^3$ и $500~{\rm cm}^3$; мерные пипетки вместимостью $25~{\rm cm}^3$ и $50~{\rm cm}^3$; мерные цилиндры вместимостью $10~{\rm cm}^3$.

Ход работы.

Определение массовой доли лактозы.

Исследования начинают с приготовления фильтрата. 25 г молока с точностью до 0,01 г отвешивают в мерную колбу вместимостью $500~{\rm cm}^3$, прибавляют до половины колбы дистиллированную воду и $10~{\rm cm}$ раствора реактива Фелинга $4~{\rm cm}^3$ раствора гидроксида натрия, $C_{\rm экв}({\rm NOH})=1,000~{\rm моль/дm}^3$. Жидкость перемешивают после добавления воды и каждого реактива.

Доводят до метки водой (при температуре 20 °C), перемешивают, оставляют на 30 мин. Отстоявшуюся жидкость фильтруют в сухую колбу через складчатый бумажный фильтр, удаляя первые 10-20 см фильтрата.

12,5 г сухого молока растворяют в химическом стакане в небольшом количестве горячей воды, тщательно растирая комочки. Переносят без потерь

в мерную колбу вместимостью $100~{\rm cm}^3$, доводят до метки водой. $25~{\rm cm}^3$ раствора вносят в мерную колбу вместимостью $500~{\rm cm}$, добавляют $200~{\rm cm}$ воды, $10~{\rm cm}^3$ раствора Фелинга и $4~{\rm cm}^3$ раствора гидроксида натрия, $C_{\rm 2KB}({\rm NaOH}) = 1{,}000~{\rm моль/дm}^3$.

50 см³ фильтрата, что соответствует 2,5 г молока или 0,312 г сухого молока, переносят пипеткой в коническую колбу на 250-300 см³ с притертой или резиновой пробкой. Приливают пипеткой или из бюретки 25 см³ 0,1 раствора йода (реактив 2) и медленно при непрерывном помешивании приливают из бюретки 37,5 см раствора гидроксида натрия, $C_{9KB}(NaOH) = 0,1000$ моль/дм³. Закрыв колбу пробкой, оставляют ее в темном месте на 20 мин при температуре 20°C. Затем прибавляют 8 см³ раствора соляной кислоты, $C_{9KB}(HC1) = 0,5$ моль/дм³ и тируют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, $C_{9KB}(Na_2S_2O_3) = 0,1000$ моль/дм³ (реактив 3) сначала без прибавления индикатора до получения светло-желтого раствора, затем прибавляют 1 см³ 1%-ного раствора крахмала и продолжают титрование каплями до момента, когда исчезнет синяя окраска.

Для контрольного опыта в другую такую же колбу отмеривают пипеткой 25 см³ раствора йода, $C_{9KB}(I_2) = 0,1$ моль/дм³, 25 см³ воды и добавляют при непрерывном перемешивании 37,5 см³ раствора гидроксида натрия, и, закрыв колбу пробкой, оставляют в темном месте на 20 мин при температуре 20 °C и дальше определение проводят как в первой колбе.

Массовую долю лактозы в молоке (%) рассчитывают по формуле

$$W = \frac{0.01801 * (V_1 - V) * 100 * 0.97}{m} = 0.699 * (V_1 - V), \%$$
 (1)

где V_1 – объем раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование йода в контрольном опыте, см 3 ;

V – объем раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование йода при определении в фильтрате, см;

т – масса молока в 50 см фильтрата, равная 2,5 г;

0,97 – поправка, установленная эмпирически;

0,01801 — масса лактозы, моногидрата, соответствующая 1 см раствора йода, $C_{3KB}(I_2) = 0,1$ моль/дм³, г.

Массовую долю лактозы в сухом молоке рассчитывают по формуле^

$$W = 5,578 * (V_1 - V),\%$$
 (2)

Порядок выполнения лабораторной работы

При выполнении лабораторной работы проводятся следующие опыты:

1 Определение сахара йодометрическим методом.

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.

Контрольные вопросы:

- 1 Назовите методы определения сахаров.
- 2 Поясните, в каких случаях используется йодометрический метод.
- 3 Объясните суть йодометрического метода
- 4 Изложите технику приготовления фильтрата при определении массовой доли лактозы в молоке.
- 5 Изложите технику определения массовой доли лактозы в молоке йодометрическим методом.
 - 6 Объясните методику расчета массовой доли лактозы.