

2.8 Лабораторная работа №7. Определение массовой доли сахаров методом горячего титрования.

Тема: Определение массовой доли сахаров поляриметрическим и фотоэлектроколориметрическим методами.

Цель: Научить определять массовую долю сахаров поляриметрическим и фотоэлектроколориметрическим методами.

Ход работы

Поляриметрический метод

Этот метод используют для контроля качества творожных полуфабрикатов и блюд из творога (творога с сахаром, творожной массы). Определение основано на разрушении лактозы окисью кальция и поляриметрическом определении сахарозы.

Реактивы: 1. 30%-ный раствор уксуснокислого свинца. 2. 15%-ный раствор железистосинеродистого калия. 3. Окись кальция свежепрокаленная. 4. Уксусная кислота плотностью 1,05 т/см³.

Приборы, посуда: Сахариметр универсальный типа СУ-3 со стеклянными кюветами длиной 200 и 400 мм; баня водяная с обогревом; стаканы вместимостью 100 мл; колбы конические вместимостью 250 мл; колбы мерные вместимостью 100 и 200 мл; пипетки на 5 мл с ценой деления 0,1 мл.

Техника работы: В стакан вместимостью 100 мл берут 26 г продукта с погрешностью $\pm 0,01$ г. Навеску растирают стеклянной палочкой с небольшим количеством теплой дистиллированной воды (температура $45 \pm 2^\circ\text{C}$) и количественно переносят в мерную колбу на 200 мл, смывая остатки несколько раз водой, так, чтобы общее количество воды равнялось приблизительно 100 мл.

Содержимое колбы охлаждают до $20 \pm 2^\circ\text{C}$ прибавляют по 3 мл растворов уксуснокислого свинца и железистосинеродистого калия.

После добавления каждого раствора содержимое колбы тщательно перемешивают, чтобы не образовалось пузырьков, а затем доливают водой до метки и после перемешивания оставляют на 10 мин. Надосадочную жидкость фильтруют через складчатый фильтр в сухую мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют в колбу 0,3 г окиси кальция и выдерживают ее на кипящей водяной бане 4-5 мин, периодически перемешивая содержимое.

Затем колбу быстро охлаждают до $20 \pm 2^\circ\text{C}$ и приливают 1-2 мл уксусной кислоты плотностью 1,05 г/см³.

Содержимое колбы доливают до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и фильтруют в сухую колбу. Фильтрат поляризуют без светофильтра в поляризметрической кювете длиной 400 мм.

Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по 3-5 отсчетов по шкале сахариметра.

Среднее арифметическое значение результатов определения находят из 6-10 замеров.

Содержание сахарозы (%) вычисляют по формуле:

$$X = P * 2 * K, \quad (1)$$

где Р – среднее арифметическое показаний шкалы сахариметра; К - поправочный коэффициент на осадок, для творожных изделий К=0,979.

Расхождение между двумя параллельными измерениями не должно превышать 0,5%.

Феррицианидный (колориметрический) метод

В производстве карамели, помадных конфет, халвы, мармелада решающую роль играет регулирование содержания редуцирующих сахаров в полуфабрикатах (сиропы, карамельная, мармеладная и помадная массы). При недостатке редуцирующих веществ может произойти засахаривание (кристаллизация) массы, а их избыток снижает товарные качества продукции.

Метод основан на окислении карбонильных групп редуцирующих сахаров

щелочным раствором феррицианида (красной кровяной соли). Существует две разновидности этого метода: *титриметрический* и *фотоэлектроколориметрический*.

К определенному объему анализируемого раствора добавляют точно измеренный избыток щелочного раствора феррицианида и после реакции окисления редуцирующего сахара измеряют величину светопоглощения продуктов реакции. Практически измеряется светопоглощение излишка щелочного раствора феррицианида. Чем меньше в исследуемом растворе присутствует редуцирующих сахаров, тем больше останется непрореагировавшего феррицианида и тем больше значение оптической плотности.

Этим методом можно определять количество редуцирующих веществ (в присутствии сахарозы) и общего сахара (с проведением инверсии) во всех кондитерских изделиях и полуфабрикатах.

Для анализа содержания редуцирующих веществ в кондитерских изделиях и полуфабрикатах готовится раствор исследуемого изделия и осаждаются мешающие определению вещества (несахара).

Оборудование, посуда, вспомогательные материалы и реактивы: баня водяная; весы лабораторные; плитка электрическая; эксикатор; термометр; таймер; бумага фильтровальная; фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, обеспечивающий возможность измерений в интервале длин волн 315...630 нм; бюретки вместимостью 25 и 50 см³; колбы конические вместимостью 100 и 250 см³; колбы мерные вместимостью 100 и 250 см³; ступка; пестик; воронка; стаканы химические вместимостью 200 и 500 см³; цилиндры мерные вместимостью 100 см³; пипетки на 5, 10, 25 см³; щелочной раствор феррицианида (калия железосинеродистого, красной кровяной соли); 1 н. раствор гидроксида натрия или калия, 1 н. раствор сернокислого цинка; стандартный раствор глюкозы; дистиллированная вода; проба продукта.

Приготовление растворов

1. 1 н. раствор сернокислого цинка ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$): 145 г сернокислого цинка помещают в химический стакан, растворяют в 600...700 см³ воды, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем водой до метки.

2. Щелочной раствор феррицианида: 8 г железосинеродистого калия растворяют в небольшом (100...200 см³) количестве воды, отдельно растворяют примерно в таком же количестве воды 28 г гидроксида калия или 20 г гидроксида натрия, оба раствора сливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки водой.

После этого раствор сливают в склянку из темного стекла, где его можно хранить в течение двух месяцев. Применяют полученный раствор не ранее чем через сутки после приготовления.

3. Стандартный раствор глюкозы: взвешивают 0,8 г безводной глюкозы, которая перед этим либо была подсушена в сушильном шкафу при 100°C, либо в течение 3 суток хранилась в эксикаторе над прокаленным хлоридом кальция, навеску помещают в стакан, растворяют в небольшом (150...200 см³) количестве воды, тщательно перемешивают до полного растворения, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем до метки водой. Концентрация глюкозы в растворе составляет 0,0016 г/см³.

Подготовка к анализу (построение калибровочного графика)

Берут шесть конических колб вместимостью 250 см³ и вносят во все колбы по 25 см³ щелочного раствора феррицианида, а затем разные

количества стандартного раствора глюкозы 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0; и 9,5 см. К содержимому колб добавляют, соответственно: 9,0; 8,5; 8,0; 7,5; 7,0 и 6,5 см³ воды.

Общий объем раствора в каждой из колб составит при этом 41 см³. После этого: нагревают растворы до кипения и кипятят ровно 1 мин, а затем охлаждают и измеряют оптическую плотность при длине волны 440 нм. Для каждой пробы делается не менее трех измерений, из которых рассчитывают среднее арифметическое.

На оснований полученных данных строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс - массу глюкозы (в миллиграммах) в исследуемых пробах, а по оси ординат соответствующие ей величины оптической плотности. Примерный калибровочный график изображен на рисунке 1.

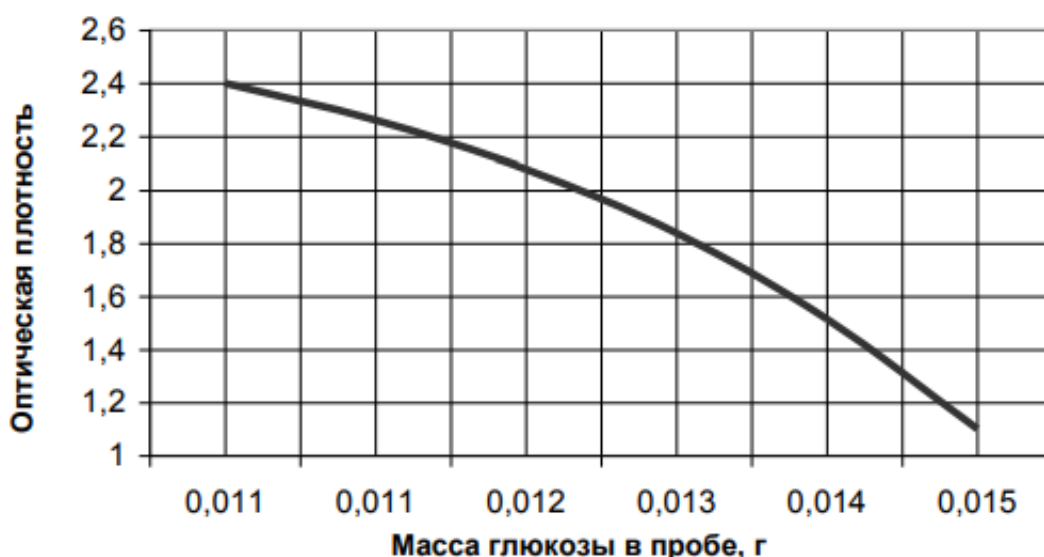


Рисунок 1 – Калибровочный график количества глюкозы в растворе феррицианидным фотоэлектроколориметрическим методом

Техника определения. Навеску измельченной пробы помещают в стакан, добавляют 100 см³ воды, нагретой до 60°C, тщательно размешивают содержимое, помещают стакан в водяную баню, нагретую до той же температуры, и выдерживают в течение 15 мин.

После охлаждения раствора осаждают сахара. Для этого в стакан с растворенной навеской добавляют 10 см³ раствора сернокислого цинка и 10 см³ 1н. раствора NaOH, тщательно перемешивают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, смывая нерастворившиеся частицы водой. Содержимое колбы, взбалтывают, доводят объем раствора до метки водой и фильтруют через бумажный фильтр в сухую колбу.

10 см³ полученного фильтрата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 25 см³ щелочного раствора феррицианида и 6 см³ воды, перемешивают, нагревают содержимое колбы до кипения и кипятят ровно 1 мин. После охлаждения раствора до комнатной температуры измеряют его оптическую плотность в тех же условиях, что и при построении калибровочного графика.

Обработка результатов. Установив с помощью калибровочного графика содержание глюкозы (в миллиграммах) в исследуемой пробе, рассчитывают массовую долю редуцирующих веществ X, выраженную процентах, по формуле:

$$X = \frac{m_1 * V * K * 100}{m * V_1 * 1000} = \frac{m_1 * V * K}{m * V_1 * 10}, \quad (2)$$

где m – масса навески, г;

m₁ – масса глюкозы в пробе, установленная по калибровочному графику, мг;

V – первоначальный объем исследуемого раствора навески (перед фильтрованием после осаждения нес сахаров), см³;

V₁ – объем исследуемого раствора, взятый для реакции с феррицианидом, см³;

1000 – коэффициент пересчета содержания глюкозы из миллиграммов в граммы;

K – поправочный коэффициент.

Результаты параллельных определений округляют до второго десятичного знака, окончательный результат до первого десятичного знака.

Среднее арифметическое значение двух параллельных определений принимают за окончательный результат анализа.

Порядок выполнения лабораторной работы

При выполнении лабораторной работы проводятся следующие опыты:

- 1 Определение сахара поляриметрическим методом.
- 2 Определение сахара фотоэлектроколориметрическим 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 поляриметрический метод.
- 3 Объясните суть поляриметрического метода
- 4 Изложите технику определения сахара поляриметрическим методом.
- 5 Изложите технику определения массовой доли лактозы в молоке йодометрическим методом.
- 6 Поясните, в каких случаях используется фотоэлектроколориметрический метод.
- 7 Объясните суть фотоэлектроколориметрического метода.
- 8 Изложите технику определения сахара фотоэлектроколориметрическим методом.
- 9 Объясните методику расчета массовой доли редуцирующих веществ.

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.
2. Запрещается использовать химическую посуду для питья воды.