

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ЧЕРНІГІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

**Методи аналізу сировини та продукції
харчових виробництв**

ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ
для студентів спеціальності
181– Харчові технології

(Частина I)

Обговорено і рекомендовано
на засіданні кафедри
харчових технологій
протокол №1 від 29.08.2019 р.

Методи аналізу сировини та продукції харчових виробництв. (Частина I).
Лабораторний практикум для студентів спеціальності 181– Харчові
технології /Укл.: Челябієва В.М. – Чернігів: ЧНТУ, 2019. – 53 с.

Укладач: ЧЕЛЯБІЄВА ВІКТОРІЯ МИКОЛАЇВНА, кандидат технічних наук,
доцент

Відповідальний за випуск: ХРЕБТАНЬ ОЕНА БОРИСІВНА,
завідувач кафедри харчових технологій
кандидат технічних наук, доцент

Рецензент: БУЯЛЬСЬКА НАТАЛІЯ ПАВЛІВНА, кандидат технічних наук, доцент
кафедри харчових технологій Чернігівського національного
технологічного університету

Зміст	Стор.
Вступ	4
Лабораторна робота № 1 Хімічні основи тест-систем: характерні реакції катіонів	5
Лабораторна робота № 2 Хімічні основи тест-систем: характерні реакції аніонів. Аналіз невідомої речовини.....	20
Лабораторна робота № 3 Розчини. Приготування і визначення концентрації розчину.....	32
Лабораторна робота № 4 Буферні розчини. Визначення активної кислотності	39
Лабораторна робота № 5 Вивчення піноутворювання, драглеутворювання та емульгування.....	44
Рекомендована література	52

Вступ

Вивчення дисципліна «Методи аналізу сировини та продукції харчових виробництв» спрямовано на формування у майбутніх бакалаврів харчових технологій знань у галузі контролю якості сировини та продукції харчових виробництв та умінь застосування сучасних хімічних та фізико-хімічних методів аналізу.

Основні завдання навчальної дисципліни «Методи аналізу сировини та продукції харчових виробництв» полягають в оволодінні теоретичними і практичними навичками у використанні сучасних хімічних та фізико-хімічних методів і засобів оцінювання якості сировини та готової продукції харчових виробництв.

Якісний аналіз дозволяє встановити, із яких хімічних елементів складається речовина, які йони, групи атомів, або молекули входять до її складу. З якісного аналізу починають дослідження будь-якої сировини.

Лабораторний практикум включає дві лабораторні роботи з якісного аналізу, де вивчаються якісні реакції на катіони та аніони тільки ті, що безпосередньо пов'язані з харчуванням людини та хімічним аналізом об'єктів харчової галузі.

Кількісний аналіз – сукупність хімічних і фізичних методів визначення відносної кількості елементів, йонів чи хімічних сполук у досліджуваній речовині.

При виробництві харчових продуктів методики та методи якісного і кількісного аналізу, застосовуються:

- ✓ для виявлення, елементів (йонів), функціональних груп, речовин в складі сировини з метою оцінки відповідності товарів ТУ та ДСТУ, відповідно до яких вони виготовляються;
- ✓ для контролю за протіканням технологічного процесу з метою попередження браку, причиною якого часто є небажані домішки у вихідній сировині;
- ✓ для вивчення властивостей сировини та матеріалів, з метою правильної організації зберігання та транспортування товарів тощо.

У сучасних лабораторіях все ширше застосовують фізичні та фізико-хімічні методи аналізу, які характеризуються достатньою точністю, чутливістю, відтворюваністю та швидкістю отримання результатів. Вибираючи метод кількісного визначення, враховують необхідну точність результатів, швидкість виконання аналізу, а в разі масових визначень – доступність і вартість застосовуваних реактивів. Тому у практиці лабораторій ще широко використовують класичні хімічні методи аналізу.

Лабораторна робота № 1

Хімічні основи тест-систем: характерні реакції катіонів

1.1 Мета: вивчення якісних реакцій на катіони, як загального принципу роботи хімічних тест-методів.

1.2 Короткі теоретичні відомості

Якісний хімічний аналіз лежить в основі *експресних* або *прискорених методів* оцінки якості харчових продуктів, що дають напівкількісні або приблизні дані по тим чи іншим показникам. Експресні методи забезпечують проведення аналізу в строк до 15 хвилин після одержання матеріалу. Експресні методи можуть здійснюватися як у лабораторіях, так і поза її межами (у польових умовах – «on-site») безпосередньо в умовах виробництва, місцях зберігання, реалізації та споживання харчових продуктів. При оцінці якості харчових продуктів експресні методи служать для проведення суцільних перевірок зразків, які не викликають особливих підозр. Експресні методи не можуть розглядатися при суперечностях між постачальником і покупцем, а також при здійсненні контролю якості та безпеки харчових продуктів офіційними органами. При спірних моментах використовують більш достовірні методи аналізу залежно від поставленої мети. Найбільш поширеними з експрес-методів є хімічні тестові методи.

Тест-система – просте в застосуванні технічне обладнання (матеріал, набір реагентів, біологічний об'єкт і т.п.), що дозволяє виявляти в аналізованому середовищі певні компоненти або біохімічні (біологічні) агенти й зробити висновок про границі їх вмісту на основі використання хімічних або біологічних реакцій. Фактично тест-системи для хімічного аналізу являють собою прості, портативні, дешеві аналітичні засоби й відповідні їм експресні методики для виявлення й визначення речовин.

Тобто тест-системи класифікують як інструмент аналітичної хімії, що не є окремо ні методикою аналізу, ні засобом вимірювання, а поєднує ці функції в невеликому компактному виробі, що дозволяє проводити експресні визначення речовин.

Загальний принцип майже всіх хімічних тест-методів – це використання аналітичних реакцій і реагентів в умовах і формах, які забезпечують одержання візуально спостережуваного та легко вимірюваного ефекту. Реагенти й різні добавки використовують у вигляді тест-зразків, тобто заздалегідь приготовлених розчинів або іммобілізуючи (закріплюючи) їх на твердому носії – папері, силікагелі, пінополіуретані й т.п.

Існує декілька варіантів одержання тестів-зразків з використанням носіїв. Перший варіант – забарвлена сполука утворюється у розчині, а потім сорбується носієм. Другий – утворення забарвленої сполуки у фазі сорбенту в результаті взаємодії компонента, який визначають, з іммобілізованим гідрофобним реагентом. Третій – кінцеві групи певних сорбентів (наприклад,

пінополіуретану) використовують як функціональні, які приймають участь у реакції комплексоутворення з іонами металів, які визначають.

Наприклад, метод визначення йонів Феруму (III) у водних розчинах ґрунтується на сорбції забарвлених у червоний колір тіоціанатних комплексів таблеткою пінополіуретану (ППУ). Тіоціанатний комплекс Феруму(III) має яскраве забарвлення і добре вилучається пінополіуретаном з 1М водного розчину хлоридної кислоти. Пропонована тест-система дозволяє здійснювати якісну і напівкількісну оцінку вмісту йонів Ферум (III) у водних розчинах. Про наявність йонів феруму(III) судять за зміною забарвлення таблетки з білого на червоне. Вміст йонів феруму(III) визначають, візуально порівнюючи інтенсивність забарвлення таблетки із заздалегідь приготовленою колірною шкалою. Інтервал визначення – 0,02-1 мг/л. Кількісне вилучення аналітичної форми у таблетку ППУ досягається через 15 хвилин. Відтворюваність візуального тест-визначення йонів Феруму(III) залежить від його вмісту в пробі. Відносне стандартне відхилення становить 0,1-0,2 при концентрації йонів у пробі – 0,05-0,2 мг/л

Нікель належить до розряду важких металів. Тест-метод для якісної і напівкількісної оцінки концентрації нікелю у водних розчинах ґрунтується на його сорбції з аміачного буферного розчину таблеткою ППУ, модифікованої диметилглюксимом за присутності пластифікатору. Про наявність нікелю судять за зміною кольору таблетки з білої в рожеву. Вміст нікелю визначають візуально порівнюючи інтенсивність забарвлення таблетки із заздалегідь приготовленою колірною шкалою. Діапазон визначень нікелю – 0,2-4 мг/л. Даний тест-засіб дозволяє провести скрінінг проб води на наявність нікелю й дати позитивну відповідь про його присутність у випадках, коли його вміст перевищує 0,1 мг/л.

Тест-аналіз на цинк здійснюють з використанням поліуретанових пінопластів із закріпленим на них дитизоном.

Для визначення свіжості м'яса і м'ясних напівфабрикатів використовують також реактив Несслера, тому що при розкладанні білків м'яса утворюється аміак або амонійні солі, які при взаємодії з реактивом Несслера утворюють червоно-бурий осад. У тому випадку, якщо м'ясо несвіже, то пожовтіння і помутніння витяжки відбувається після додавання перших крапель реактиву Несслера, після додавання 10 крапель утворюється червоно-буре забарвлення. Якщо м'ясо свіже, то після додавання 10 крапель реактиву Несслера пожовтіння і помутніння витяжки не відбувається.

Тест-методика (інструкція) описує процедуру проведення тесту, включаючи відбір проб (якщо це необхідно), виявлення й визначення компонента або параметра.

Аналіз катіонів заснований на одній із аналітичних класифікацій (сульфідній, аміачно-фосфатній або кислотно-основній).

Сульфідна класифікація широко використовується на практиці, ґрунтується на неоднаковій розчинності карбонатів і сульфідів металів у воді й кислотах. Головний недолік аналізу катіонів із застосуванням цього методу є використання сірководню.

Аміачно-фосфатна класифікація ґрунтується на використанні різної розчинності фосфатів металів у воді, кислотах, лугах та водному розчині амоніаку.

Кислотно-основна класифікація ґрунтується на різній розчинності у воді хлоридів, сульфатів металів, а також на відмінності у властивості їхніх гідроксидів. Кислотно-основний метод аналізу, який базується на цій класифікації катіонів набув широкого застосування особливо в учбовому процесі, бо не потребує застосування сірководню.

За кислотно-основною класифікацією усі катіони поділяють на шість груп (таблиця 1.1).

Таблиця 1.1– Групи катіонів за кислотно-основною класифікацією

Група	I	II	III	IV	V	VI
Катіони	NH_4^+ , Na^+ , K^+	Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+}	Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}	Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn (IV) As^{3+} , As(V)	Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Mn^{2+} , Sb^{3+} , Sb (V)	Cu^{2+} , Hg^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+}
Груповий реактив	Немає	HCl	H_2SO_4	NaOH	NaOH	$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Склад і властивості осадів		MeCl , MeCl_2 Не розчинний у кислотах і лугах	MeSO_4 Не розчинний у кислотах і лугах	Me(OH)_n Розчинний у надлишку луку	Me(OH)_n Не розчинний у надлишку луку	Me(OH)_n Розчинний у надлишку $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

1.3 Експериментальна частина

1.3.1 Якісні реакції на катіони I аналітичної групи

До першої аналітичної групи катіонів відносяться Li^+ , Na^+ , K^+ і NH_4^+ -катіони. Груповий реактив для катіонів даної аналітичної групи відсутній. Хлориди, сульфати і гідроксиди цих катіонів розчиняються у воді. Тому, кожний з наведених вище катіонів, виявляють за допомогою відповідних характерних реакцій.

☝ у розчині не повинні міститись йони NH_4^+ .

Виконання реакції. Реакцію можна виконати у пробірці або на крапельній пластинці, додаваючи до 3-4 крапель розчину (нейтрального або оцтовокислого) солі Калію і стільки ж крапель реактиву, при цьому утворюється жовтий осад. Якщо осад не утворився одразу, потрібно дати суміші трохи постояти.

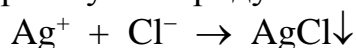
1.3.2 Якісні реакції на катіони II аналітичної групи

До II аналітичної групи (таблиця 1.1) входять йони Ag^+ , Hg_2^{2+} і Pb^{2+} . Груповий реактив – хлоридна кислота. Вона утворює з катіонами II групи, хлориди, які нерозчинні у воді й кислотах. Однак розчинність цих хлоридів у воді залежить від температури. При температурі $100\text{ }^\circ\text{C}$ розчинність PbCl_2 збільшується в 3 рази, тоді як розчинність інших хлоридів практично не змінюється. При систематичному аналізі, таку особливість використовують, щоб відокремити катіони Pb^{2+} від Ag^+ та Hg_2^{2+} .

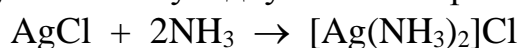
Реакції Ag^+ -іонів

4. Реакція з HCl і розчинними хлоридами.

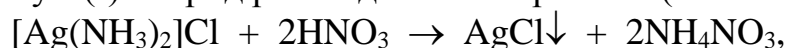
Соляна кислота і розчинні хлориди утворюють з йонами Ag^+ білий сирнистий осад аргентум хлориду:



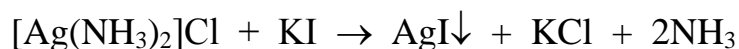
AgCl чорніє на світлі внаслідок часткового відновлення Ag^+ до Ag^0 . Осад не розчиняється у розведених сульфатній та нітратній кислотах, легко розчиняється у розчині амоніаку, амоній карбонату, натрій тіосульфату. Реакція розчинення осаду в амоніаку відбувається за рівнянням:



Діамінаргентум (I) хлорид розкладається нітратною (азотною) кислотою:



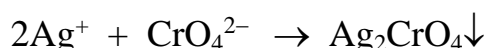
а з розчином калій йодиду утворює жовтий осад:



Розчинність AgCl в амоніаку з утворенням комплексної сполуки $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ і руйнуванням цього комплексу при дії на нього нітратною кислотою, внаслідок чого випадає хлорид срібла, використовується в аналізі для відокремлення і виявлення йону Ag^+ .

Виконання реакції. До 2-3 крапель досліджуваного розчину додають 2-3 краплини розведеної HCl і прозору рідину над осадом зливають. Після цього додають краплинами концентрованого розчину амоніаку до появи запаху, прозорий аміачний розчин зливають і підкислюють його розчином нітратної кислоти ($\text{Cn}=2$). У присутності срібла виникає біла каламуть або випадає осад.

5. Реакція з калій хроматом K_2CrO_4 . K_2CrO_4 утворює з йонами Ag^+ цеглисто-червоний осад, розчинний у HNO_3 і розчині NH_3 , погано розчинний в оцтовій кислоті:



Реакцію йона Ag^+ з калій хроматом використовують для виявлення срібла краплинним методом.

Виконання реакції. 2-3 краплі досліджуваного розчину наносять на фільтрувальний папір, додають 1-2 краплі 2н. оцтової кислоти і краплину розчину K_2CrO_4 . В присутності срібла утворюється осад або пляма цеглисто-червоного кольору.

6. Реакція з калій йодидом.

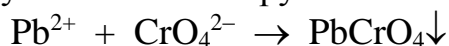
Солі йодидної кислоти утворюють з йонами Ag^+ світло-жовтий осад аргентум йодиду, не розчинний в кислотах і у розчині амоніаку (на відміну від $AgCl$): $Ag^+ + I^- \rightarrow AgI \downarrow$.

Виконання реакції. До 4-5 крапель досліджуваного розчину додають такий самий об'єм розчину калій йодиду. До утвореного осаду додають надлишок розчину натрій тіосульфату і перемішують. Спостерігають розчинення осаду, що пояснюється утворенням комплексної сполуки:



Реакції Pb^{2+} -іонів

7. Реакція з K_2CrO_4 . Хромат калію K_2CrO_4 осаджує йон Pb^{2+} у вигляді плюмбум хромату жовтого кольору:



Осад $PbCrO_4$ добре розчиняється в їдких лугах, погано розчиняється у розведених нітратній кислоті і не розчиняється у ацетатній (оцтовій) кислоті (на відміну від інших хроматів). З розчинів $PbSO_4$ в ацетаті амонію калій хромат практично повністю осаджує свинець у вигляді $PbCrO_4$.

Виявленню Pb^{2+} -йона реакцією з калій хроматом заважають Ba^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , Sr^{2+} , Ag^+ , тому що утворюють з хромат-іонами забарвлені осад.

Виконання реакції. До 3-5 крапель досліджуваного розчину додають стільки ж 2н. сульфатної кислоти, осад, що утворився, обробляють амоній ацетатом. Якщо осад розчинився не повністю, розчин центрифугують і прозору рідину зливають в іншу пробірку. До цієї рідини додають кілька краплин калій хромату, в присутності йонів Pb^{2+} випадає жовтий осад $PbCrO_4$.

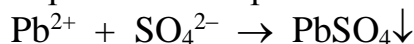
8. Реакція з KI . Калій йодид з йонами Pb^{2+} утворює жовтий осад плюмбум йодиду: $Pb^{2+} + 2I^- \rightarrow PbI_2 \downarrow$.

Осад розчиняється в гарячій воді, після охолодження PbI_2 знову випадає в осад у вигляді золотистих кристаликів. Ця реакція «золотистого дощу» характерна для йонів Pb^{2+} і нею користуються для виявлення свинцю.

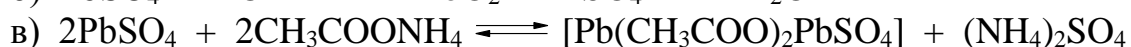
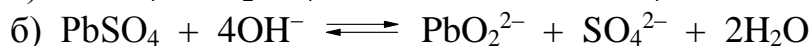
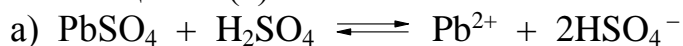
Виконання реакції. До 3-5 краплин досліджуваного розчину додають 2-3 краплини KI . Випадає жовтий осад. У пробірку додають 1-2 cm^3

дистильованої води. Суміш кип'ятять. Якщо осад розчинився не повністю, розчин центрифугують і прозору рідину зливають в іншу пробірку. Після охолодження з розчину в присутності іонів Pb^{2+} випадає осад у вигляді блискучих золотих кристаликів.

9. Реакція з сульфатною кислотою або сульфатами. Розведена сульфатна кислота і розчинні сульфати осаджують іон Pb^{2+} у вигляді білого осаду $PbSO_4$, який практично не розчиняється в розведеній сульфатній кислоті:



Осад розчиняється у концентрованій сульфатній кислоті (а), їдких лугах (б) і амоній ацетаті (в):



Виконання реакції. До 3-4 крапель розчинної солі Pb^{2+} додайте 2н. розчин сульфатної кислоти або будь-якого SO_4^{2-} -іону, утворюється білий осад

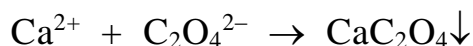
1.3.3 Якісні реакції на катіони III аналітичної групи

Третя аналітична група включає Ca^{2+} , Ba^{2+} та Sr^{2+} -іони. Груповий реактив – сульфатна (сірчана) кислота, осаджує катіони цієї групи у вигляді сульфатів: $CaSO_4$, $BaSO_4$, $SrSO_4$.

Більшість сполук катіонів III аналітичної групи незабарвлені (забарвлені: хромати, дихромати, манганати, перманганати і гексанітрокобальтати(III)), малорозчинні у воді (сульфати, карбонати, фосфати), відносно стійкі до окисників і відновників. Сульфати катіонів III групи не розчинні у кислотах та лугах.

Реакції Ca^{2+} -іонів

10. Реакція з амоній оксалатом $(NH_4)_2C_2O_4$. Амоній оксалат утворює з йонами Ca^{2+} білий кристалічний осад кальцій оксалату:



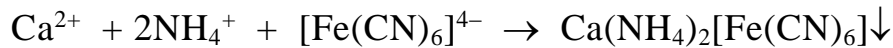
Реакцію проводять при $pH=6-6,5$. Осад CaC_2O_4 нерозчинний в оцтовій кислоті (на відміну від оксалатів барію і стронцію) і у розчині амоніаку, розчиняється у сильних мінеральних кислотах.

Заважають проведенню реакції Sr^{2+} , Ba^{2+} -йони, які попередньо необхідно вилучити.

Виконання реакції. До 3-5 крапель розчину солі Ca^{2+} додайте стільки ж крапель розчину амоній оксалату. Випадає білий кристалічний осад, досліджують його розчинність у хлоридній, нітратній, а також ацетатній кислотах.

11. Реакція з калій гексаціанофератом(II).

Калій гексаціаноферат(II), $K_4[Fe(CN)_6]$, при наявності NH_3 і NH_4Cl утворює з йонами Ca^{2+} білий осад:



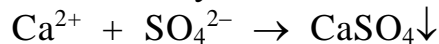
Реакцію проводять при кип'ятінні. Чутливість реакції 25 мкг. Заважають катіони d-елементів, які осаджуються реактивом.

☝ Реакція дає можливість виявити йони Ca^{2+} у присутності Sr^{2+} -іонів.

Виконання реакції. До 3-5 краплин розчину солі Кальцію добавляють таку саму кількість розчину NH_4Cl , концентрованого розчину амоніаку до сильного запаху і 5-7 краплин насиченого розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Суміш нагрівають до кипіння. При цьому випадає білий кристалічний осад $\text{Ca}(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, який не розчиняється в оцтовій кислоті. Йони Ba^{2+} при значній концентрації можуть утворити аналогічний осад, тому йони Барію попередньо необхідно відокремити.

12. Реакція з сульфатною кислотою та розчинними сульфатами.

Сульфат-іони SO_4^{2-} осаджують йони Ca^{2+} з концентрованих розчинів солей Кальцію, утворюючи білий осад CaSO_4 , малорозчинний у воді і нерозчинний у кислотах і лугах:

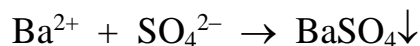


Повноту осадження збільшують, додаючи до суміші рівну кількість етилового спирту.

☝ На відміну від йонів Sr^{2+} та Ba^{2+} , гіпсова вода (насичений розчин CaSO_4) з розчинами солей кальцію осаду не утворює.

Реакції Ba^{2+} -іонів

13. Реакція з розбавленою сульфатною кислотою та розчинними сульфатами. Сульфат-іони утворюють з Ba^{2+} -іонами білий осад, який практично не розчиняється у воді розбавлених кислотах і лугах:



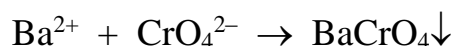
Чутливість реакції з сульфат-іонами 10 мкг.

Виявленню йонів Ba^{2+} заважають Ca^{2+} і Sr^{2+} -йони.

Виконання реакції. У пробірки вносять 2-3 краплі розчину солі Барію, додають стільки ж розбавленою розчину сульфатної кислоти і спостерігають випадання осаду.

14. Реакція з калій хроматом K_2CrO_4 або дихроматом $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Солі хроматної кислоти утворюють з Ba^{2+} -іонами жовтий кристалічний осад BaCrO_4 , розчинний у мінеральних кислотах і не розчинний в ацетатній кислоті (на відміну від CaCrO_4 і SrCrO_4). $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ осаджує Ba^{2+} -іони також у вигляді BaCrO_4 :



☞ Реакція з $K_2Cr_2O_7$ в присутності CH_3COONa специфічна для Ba^{2+} -іонів і дозволяє виявити його за наявності Ca^{2+} і Sr^{2+} -іонів, а також застосовується для відокремлення Ba^{2+} -іонів від Ca^{2+} та Sr^{2+} .

Виконання реакції. До 3-5 краплин досліджуваного розчину додають таку саму кількість краплин розчину $K_2Cr_2O_7$ і старанно перемішують. Потім додають розчин CH_3COONa з ($C_H=2$), поки оранжевий колір розчину над осадом не зміниться на жовтий. В присутності солей Барію випадає жовтий осад.

☞ При виявленні Ba^{2+} -іонів за допомогою K_2CrO_4 , щоб запобігти утворенню $SrCrO_4$, реакцію слід проводити в присутності ацетатної кислоти.

15. Реакції Ba^{2+} -іонів з $(NH_4)_2C_2O_4$, $(NH_4)_2CO_3$ та Na_2HPO_4 .

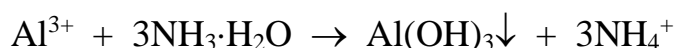
Ba^{2+} -іонів можна виявити:

- ✓ реакцією з $(NH_4)_2C_2O_4$ – утворюється білий осад BaC_2O_4 , який розчиняється в хлоридній і нітратній кислотах, а також в ацетатній кислоті при кип'ятінні;
- ✓ реакцією з $(NH_4)_2CO_3$ (реакцію проводять при додаванні амоній гідроксиду в такій же кількості, як і амоній карбонату) – утворюється білий осад $BaCO_3$, який розчиняється в мінеральних кислотах, крім сульфатної, та в ацетатній кислоті;
- ✓ реакцією з Na_2HPO_4 – утворюється білий осад стронцій гідрогенфосфату, $BaHPO_4$, який розчиняється в мінеральних та ацетатній кислотах.

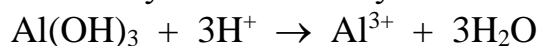
1.3.4 Якісні реакції катіонів IV аналітичної групи

Реакції Al^{3+} -іонів

15. Реакція з амоній гідроксидом. Водний розчин амоній гідроксиду осаджує з розчинів солей Алюмінію білий амфотерний осад алюміній гідроксиду:



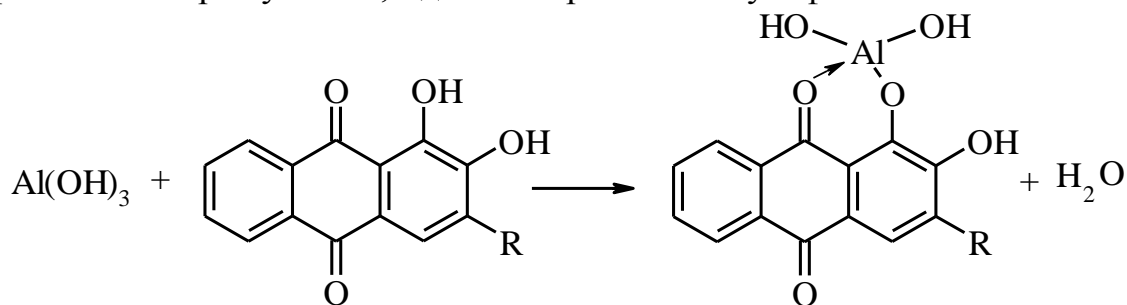
Осад розчиняється у кислотах і лугах:



Виконання реакції. У пробірку додають 3-4 краплі розчину солі Алюмінію і 5-6 крапель розчину амоній гідроксиду з $C_H = 6,0$, суміш нагрівають. Випадає білий осад. До однієї частини осаду додають розчин хлоридної кислоти до іншої – розчин лугу. Спостерігають розчинення осаду в обох випадках.

16. Реакція з алізарином. Алізарин з Al^{3+} -іонами утворює комплексну сполуку $Al(OH)_2[C_{14}O_3H_6(OH)]$ червоного кольору, яка не розчиняється в оцтовій кислоті. Ця сполука називається “алюмінієвим лаком”. Алізарин

малорозчинний у воді, тому на практиці використовують алізариновий червоний – натрієву сіль 1,2-діоксіантрахінон-3 сульфокислоти:



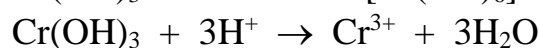
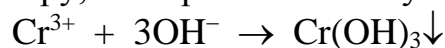
де R= -SO₃Na

Заважають: Fe²⁺, Cu²⁺, Bi³⁺-іони (також утворюють забарвлені осад).

Виконання реакції. До 3-5 крапель розчину, що аналізують, додають розчин NaOH з C_H=2,0 до сильнолужної реакції. Якщо випадає осад (присутні Fe²⁺, Cu²⁺, Bi³⁺-іони), його відокремлюють центрифугуванням і до прозорого розчину додають 2-4 краплі 0,2 %-ного розчину алізарину (з'являється фіолетове забарвлення), потім додають краплями розчин CH₃COOH з C_H = 2 поки не зникне фіолетове забарвлення. При наявності алюмінію (залежно від його концентрації) розчин забарвлюється в червоний колір або випадає червоний осад.

Реакції Cr³⁺-іонів

17. Реакція з лугами. Гідроксиди лужних металів осаджують Cr(OH)₃ сіро-зеленого кольору, який розчиняється у надлишку лугів і в кислотах:



Виконання реакції. До 4-5 крапель розчину солі Хрому(III) краплями додають розчин лугу до утворення осаду. Утворений осад ділять на дві частини і досліджують його розчинність у надлишку реактиву та в хлоридній кислоті.

18. Окиснення Cr³⁺ до CrO₄²⁻ у лужному середовищі. Найчастіше Cr³⁺ окиснюють у лужному середовищі гідроген перекисом або натрій перекисом. Реакція відбувається за рівнянням:



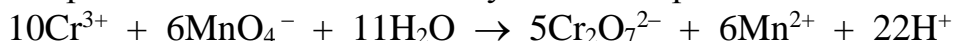
Виконання реакції. До 3-5 крапель досліджуваного розчину додають лугу C_H = 2 до розчинення осаду Cr(OH)₃, 5-7 крапель 3% розчину H₂O₂ або кристалик Na₂O₂. Суміш нагрівають. Розчин забарвлюється в жовтий колір.

Якщо після охолодження утворений розчин підкислити нітратною кислотою до появи оранжевого забарвлення, а потім додати 6-8 крапель діетилового етеру і 2-3 краплі 3% розчину H₂O₂, то H₂O₂ окиснить хромат-іони до пероксиду CrO₅ синього кольору:



Шар етеру при струшуванні забарвлюється в синій колір.

19. Окиснення Cr^{3+} до $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ у кислому середовищі. Найчастіше Cr^{3+} окиснюють у кислому середовищі калій перманганатом. Для проведення реакції використовують сульфатну або нітратну кислоти, бо хлоридна кислота окислюється перманганатом. Реакція відбувається за рівнянням:



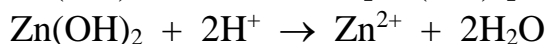
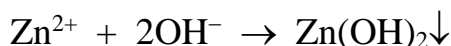
Виконання реакції. До 3-5 краплин досліджуваного розчину додають 3-5 крапель сульфатної кислоти з $\text{C}_\text{H} = 2$, 1 см³ розчину KMnO_4 з $\text{C}_\text{H} = 0,1$ і нагрівають суміш 4-5 хв. За наявності Cr^{3+} -іонів розчин забарвлюється в оранжевий колір. Після охолодження до суміші додають 2-3 краплі H_2O_2 , 0,5 см³ етеру або амілового спирту і збовтують. Шар етеру або амілового спирту забарвлюється в синій колір:



Реакція чутлива – 2,5 мкг і специфічна.

Реакції Zn^{2+} -іонів

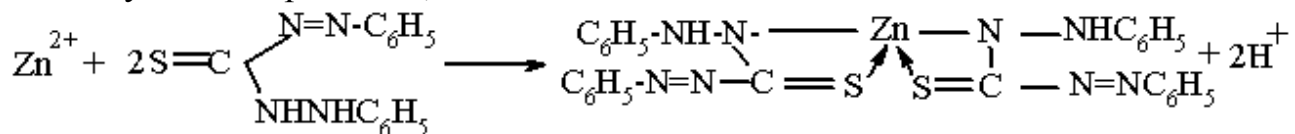
20. Реакція з лугами. Гідроксиди лужних металів осаджують із водних розчинів солей Цинку осад $\text{Zn}(\text{OH})_2$ білого кольору, розчинний у надлишку реактиву і кислотах:



Виконання реакції. До 4-5 крапель розчину солі Цинку краплями додають розчин лугу до утворення осаду. Утворений осад ділять на дві частини і досліджують його розчинність у надлишку реактиву та в хлоридній кислоті.

21. Реакція з дитизоном. При додаванні хлороформного розчину дитизону до водного розчину солі цинку ($\text{pH} > 7$) утворюється цинк дитизонат, який забарвлює хлороформний шар у червоний колір.

Чутливість реакції 0,025 мкг.



Виконання реакції. У пробірку вносять 4-5 краплин досліджуваного розчину, додають 1 см³ ацетатного буфера (суміш рівних об'ємів розчинів ацетатної кислоти $\text{C}_\text{H} = 2$ і натрію ацетату $\text{C}_\text{H} = 2$), 1-2 см³ 10% розчину дитизону в хлороформі і збовтують суміш протягом 0,5-1 хв. Хлороформний шар забарвлюється в малиново-червоний колір. На відміну від аналогічних дитизонатів інших елементів, дитизонат цинку забарвлює в лужному середовищі не лише органічний шар хлороформу, а й водний шар.

1.3.5 Якісні реакції на катіони V аналітичної групи

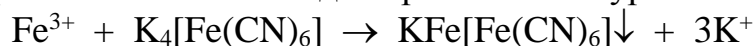
До п'ятої аналітичної групи входять катіони Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Mn^{2+} , Sb^{3+} , Sb (V). Розглянемо якісні реакції тільки перших чотирьох катіонів, що продиктовано потребами досліджень в контрольно-аналітичних та біохімічних лабораторіях. Груповим реактивом на йони V аналітичної групи є сильні основи (NaOH, KOH), які осаджують всі перелічені йони у вигляді гідроксидів добре розчинних в кислотах, але нерозчинні у воді, амоніаку і лугах.

Реакції Fe^{3+} -іонів

22. Реакція з калій гексаціанофератом(II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

☞ Реакція специфічна на йон Fe^{3+} .

Калій гексаціаноферат(II) або жовта кров'яна сіль у слабкокислому середовищі утворює темно-синій осад «берлінської лазурі»:



Реакція специфічна і чутлива (0,05 мкг); гранична концентрація – $1:1 \cdot 10^6$; граничне розведення – 1000000.

Виконання реакції. На смужку фільтрувального паперу нанесіть краплину досліджуваного розчину, краплину розчину HCl (Сн=2) і краплину розчину $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. В присутності солей Феруму(III) утворюється синя пляма.

23. Реакція з тіоціанатом NH_4SCN (KSCN).

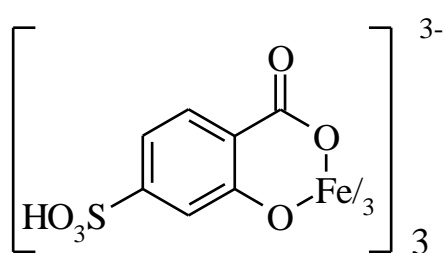
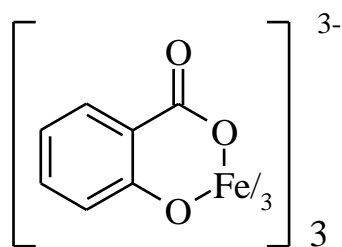
☞ Реакція специфічна на йон Fe^{3+} .

Калій (амоній) тіоціанат (роданід) при взаємодії з йонами Fe^{3+} у кислому середовищі утворює ряд розчинних комплексів забарвлених у криваво-червоного колір. Склад комплексу, що утворюється, непостійний, залежить від концентрації Fe^{3+} і роданід-іонів, може коливатися від $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ до $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$.

Чутливість реакції – 0,25 мкг. Заважають: PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , F^- , NO_2^- -іони.

Виконання реакції. Додайте у пробірку 3-4 краплі розчину солі Fe^{3+} і 2-3 краплі 2н. хлоридної кислоти і 3-5 крапель розчину NH_4SCN (KSCN). З'являється криваво-червоне забарвлення (рисунок 3.6).

24. Реакція з саліциловою кислотою. Сульфосаліцилова кислота у кислому середовищі і саліцилова кислота за наявності амоніаку утворюють з Fe^{3+} -іонами комплекси червоно-фіолетового і жовтого кольору відповідно:



Ферум (III) саліцилат

Ферум (III) сульфосаліцилат

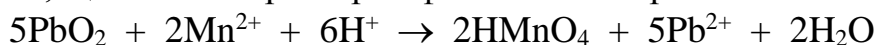
Чутливість реакції 5-10 мкг.

Виконання реакції. До 2-3 крапель солі Феруму(III) додають кілька крапель розчину амоній гідроксиду і стільки ж розчину саліцилової кислоти. Якщо реактивом є сульфосаліцилова кислота, то попередньо до розчину додають 2-3 краплі 2н. хлоридної кислоти. Спостерігають забарвлення розчину відповідно в жовтий або червоний колір.

Реакції Mn^{2+} -іонів

25. Реакція з сильним окисником PbO_2 або Pb_3O_4 .

У результаті дії сильних окисників катіони Mn^{2+} перетворюються на аніони MnO_4^- , що мають характерне фіолетове забарвлення:



Реакція характерна, дозволяє виявити Mn^{2+} при наявності деяких інших катіонів. Заважають відновники (хлориди, броміди, йодиди).

☞ У досліджуваному розчині повинна бути незначна кількість Mn^{2+} , інакше утвориться бурий осад.

Виконання реакції. У пробірку вміщують трохи PbO_2 або Pb_3O_4 і доливають 1 см³ концентрованої нітратної кислоти. Суміш обережно нагрівають до кипіння, весь час обережно струшуючи пробірку. Додають у пробірку 1-2 краплі досліджуваного розчину (не треба брати для виконання реакції розчин манган хлориду) і знову нагрівають до кипіння. Після охолодження додають 5-7 крапель дистильованої води і центрифугують. Забарвлення рідини над осадом у малиново-червоний колір свідчить про наявність Мангану.

☞ Замість PbO_2 можна використати сильний окисник $KMnO_4$ при цьому у присутності йонів Mn^{2+} утвориться бурий осад оксиду MnO_2 .

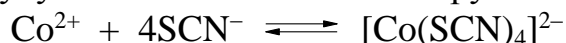
26. Реакція за М.О.Тананаєвим. $[Ag(NH_3)_2]OH$ у лужному середовищі окислює йон Mn^{2+} до MnO_2 , відновлюючись при цьому до металічного срібла:



Виконання реакції. На фільтрувальний папір поміщають 1 краплю розчину $[Ag(NH_3)_2]OH$, декілька крапель лугу і 1 краплю розчину, який досліджують. При наявності Mn^{2+} -іонів з'являється чорно-бура пляма. Аміакат срібла частково відновлюється на фільтрувальному папері і утворює темну пляму. Тому при виявленні мангану поряд з випробуванням досліджуваного розчину проводять паралельний дослід і обидві плями порівнюють. У присутності Мангану пляма досліджуваного розчину забарвлюється інтенсивніше, ніж пляма паралельного дослідження.

Реакції Co^{2+} -іонів

29. Реакція з NH_4SCN . Амоній тіоціанат утворює з йонами Кобальт(II) комплексну сполуку синьо-блакитного кольору:



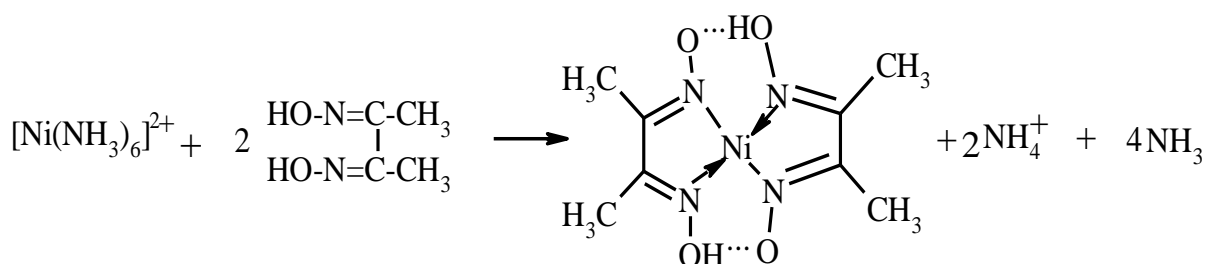
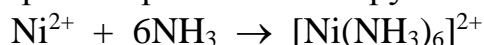
Чутливість реакції 0,5 мкг. Заважають: Cu^{2+} , Fe^{2+} , Bi^{3+} -іони.

Виконання реакції. У пробірку наливають 2-3 краплі розчину солі Co^{2+} , додають 2-3 кристалики сухої солі або 3-5 крапель насиченого розчину NH_4SCN (або KSCN) і 6-10 краплин амілового спирту і етеру (ефіру) (1:1), суміш збовтують, верхній шар забарвлюється у синій колір.

За наявності усіх катіонів Co^{2+} -іони виявляють на фільтрувальному папері: наносять на папір краплю розчину NH_4SCN , краплю розчину, який досліджують, витримують папір у парі NH_3 і підсушують. За наявності Co^{2+} -іонів периферична частина плями набуває синього забарвлення.

Реакції Ni^{2+} -іонів

30. Реакція з реактивом Чугаєва (діацетилдіоксимом). Діацетилдіоксим в розчині амоній гідроксиду утворює з йонами Ніколу(II) комплексну сполуку яскраво-червоного кольору:



Чутливість реакції 0,16 мкг, гранична концентрація $-1:3 \cdot 10^5$, граничне розведення – 300000.

Виконання реакції. Додають у пробірку 1 краплю розчину солі Ni^{2+} , 3-6 крапель концентрованого розчину амоніаку і 1-2 краплі спиртового розчину діацетилдіоксиму. Утворюється комплексна сполука яскраво-червоного кольору.

Реакцію можна проводити на папері краплинним методом. Для цього на смужку фільтрувального паперу наносять краплю солі Ніколу(II), додають 2 краплі концентрованого розчину амоній гідроксиду і краплю реактиву Чугаєва, спостерігають появу на папері червоної плями.

1.4 Висновок. Зробіть висновок про можливість застосування вивченого матеріалу при аналізі сировини та готової продукції харчових виробництв. Наведіть приклади.

1.5 Контрольні питання

1. З якою метою здійснюють якісний аналіз сировини та готової продукції?
2. Які методи аналізу називають експрес-методами або прискореними методами?
3. Що називають тест-методом?
4. Як за допомогою тест-методу визначають кількісний вміст речовини у сировині або харчовому продукті?
5. На якій реакції базується тест-метод визначення йонів Нікелю?
6. Яка реакція лежить в основі тест-методу визначення йонів Цинку?
7. В чому суть дробного та систематичного методів аналізу?
8. З якою метою можуть застосовуватись якісні хімічні реакції у аналізі сировини та готової харчової продукції?
9. Які існують класифікації катіонів на аналітичні групи та на чому вони базуються?
10. На чому базується кислотно-основна класифікація катіонів на групи?

Лабораторна робота № 2

Хімічні основи тест-систем: характерні реакції аніонів.

Аналіз невідомої речовини

2.1 Мета: вивчення якісних реакцій на аніони, як загального принципу роботи хімічних тест-методів. На основі отриманих знань під час вивчення якісних реакцій на катіони та аніони, встановити склад запропонованої невідомої речовини краплинним аналізом.

2.2 Короткі теоретичні відомості

В основу класифікації аніонів покладена різна розчинність солей Барію і Аргентуму. Усі аніони можна поділити на три аналітичні групи (таблиця 2.1).

Таблиця 2.1– Класифікація аніонів

Група	Аніони	Груповий реактив	Характеристика груп
I	SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, CrO_4^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, F^- , $\text{Si}_2\text{O}_3^{2-}$ та ін.	BaCl_2 у нейтральному або слабколужному розчині	Солі Барію не розчинні у воді
II	Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} та ін.	AgNO_3 за наявності розведеної HNO_3	Солі Аргентуму не розчинні у воді і розведеної HNO_3
III	NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^-	Групового реактиву	Солі Барію і

		немає	Аргентуму розчинні у воді
--	--	-------	---------------------------

Групові реактиви використовуються не для вилучення групи аніонів, а для того, щоб зробити висновок: чи варто далі проводити реакції для виявлення кожного з аніонів даної групи.

Серед аніонів є багато таких, які негативно впливають на здоров'я людини, і їх наявність у продуктах харчування є недопустимою. Наприклад, проблема токсичного накопичення нітратного Нітрогену в харчових продуктах та його шкідливої дії на організм людини на цей час є однією з найбільш гострих і актуальних. Нітрат-іони сприяють розвитку патогенної кишкової мікрофлори, яка виділяє в організм людини речовини-токсини, в результаті чого відбувається отруєння організму. Нітрат-іони знижують вміст вітамінів в їжі, які входять до складу багатьох ферментів, стимулюють дію гормонів, а через них впливають на всі види обміну речовин, що призводить до збільшення щитовидної залози. Встановлено, що нітрат-іони значною мірою впливають на виникнення ракових пухлин у шлунково-кишковому тракті людини.

Для аналізу на Нітрат-іони застосовують індикаторні тест-смужки на основі склотканини – волокнистої основи, що складається з переплетених скляних ниток. Це довговічний матеріал, стійкий до розкладання і механічного зношування. Склотканина має пористу гідрофільну структуру, яка не притягає пил, оскільки не має статистичного заряду. Унаслідок безладної зшивки скляних кручених ниток ступінь утримання реагентів на склотканини становить 70-90 %, що значно вище ніж на папері – 40-50%.

Носій на тест-смужки розміром 12-30 мм наносять шляхом просочення їх в 5 краплях розчину дифеніламіну в концентрованій H_2SO_4 з наступним закріпленням у 0,3%-ому розчині желатину. Після чого смужки сушать в потоці теплого повітря. Індикаторні смужки не змінюють свої властивості протягом двох місяців за умов зберігання в ексікаторі в темному місці.

Фрукт, наприклад яблуко, не знімаючи шкірки подрібнюють в блендері, після чого віджимають сік. Пробу соку об'ємом 10 мл поміщають в мірну колбу ємністю 25 мл і доводять дистильованою водою до мітки. Тест-смужку опускають в одержаний розчин на 5 секунд і спостерігають її колір після висушування просто неба через 1 хвилину. Інтенсивність забарвлення реакційної зони оцінюють по стандартній колірній шкалі.

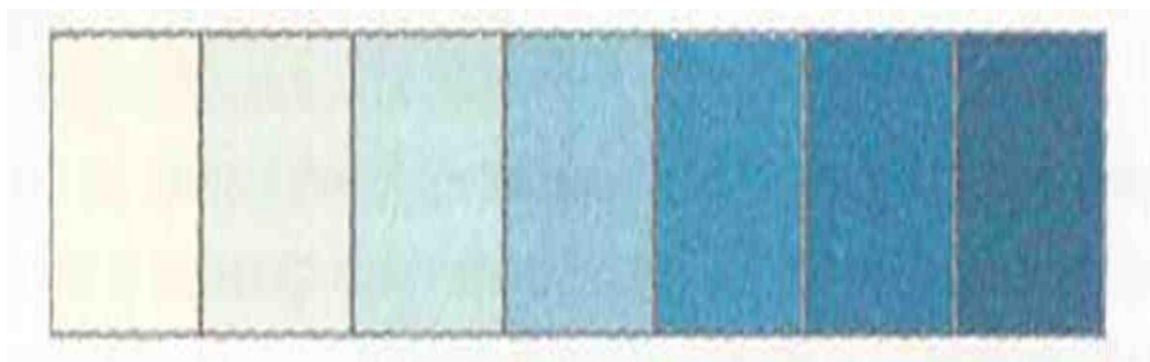


Рисунок 2.1 – Стандартна колірна шкала для визначення Нітрат-іонів

Краплинний аналіз – метод якісного або напівкількісного хімічного аналізу, який характеризується тим, що досліджуваний розчин і реагенти беруть у кількості декількох крапель. Аналіз застосовують для ідентифікації й контролю чистоти різних речовин, швидкого експрес-аналізу питної води та харчових продуктів у польових умовах, а також при дослідницьких роботах.

Для виявлення речовин використовують характерні кольорові реакції, які провадять на фільтрувальному папері, годинниковому склі, краплинній пластинці, у мікротиглях або пробірках. У крапельному аналізі застосовують реагенти, що мають дуже високу чутливість й селективність. Завдяки цьому досліджувані речовини можна виявляти за присутності інших компонентів. Краплинний аналіз відрізняється швидкістю виконання і простотою обладнання. Межу виявлення досліджуваних речовин при проведенні краплинного аналізу прийнято вказувати, як їх масу в мкг, що міститься в одній краплі (0,05 мл) проби. Мінімальна кількість речовин, яку можна визначити при застосуванні крапельного аналізу, становить 0,01-0,1 мкг.

2.3 Експериментальна частина

2.3.1 Якісні реакції на аніони

2.3.1.1 Якісні реакції аніонів I аналітичної групи

Груповий реактив на аніони I аналітичної групи барій хлорид $BaCl_2$ у нейтральному або слабколужному середовищі. При взаємодії аніонів першої аналітичної групи з катіонами Барію в розчинах утворюються осадки солей Барію, які розчинні в кислотах, крім $BaSO_4$. Серед розчинних солей першої аналітичної групи лише хромат-іони CrO_4^{2-} забарвлюють розчин у жовтий колір.

Солі Аргентуму аніонів першої групи малорозчинні у воді, крім аргентум сульфату, однак, на відміну від солей Аргентуму аніонів другої групи, вони добре розчинні в нітратній кислоті.

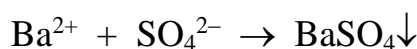
Першу групу аніонів у свою чергу можна поділити на три підгрупи. До першої підгрупи відносяться аніони, солі Барію яких погано розчиняються в мінеральних кислотах і воді. До цієї підгрупи належить лише сульфат-іон SO_4^{2-} .

Друга підгрупа I групи аніонів характеризується тим, що їх солі Барію погано розчиняються в оцтовій кислоті і воді, але добре розчиняються в мінеральних кислотах. Сюди відносяться SO_3^{2-} , CrO_4^{2-} , $C_2O_4^{2-}$, F^- .

Третя підгрупа включає решту аніонів. Солі Барію цих аніонів погано розчиняються у воді, але добре розчиняються в оцтовій і мінеральних кислотах.

Виявлення SO_4^{2-} -іонів

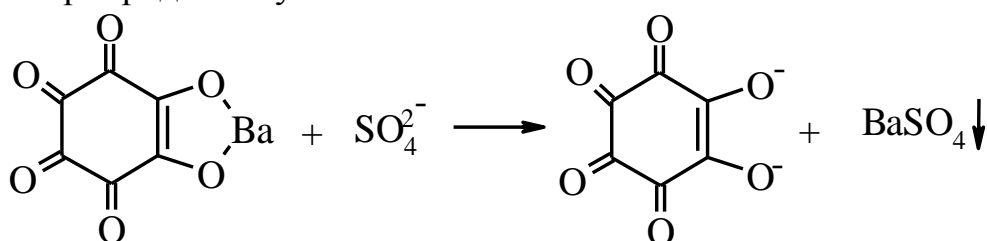
1. Реакція з солями Барію. З солями барію сульфати утворюють білий кристалічний осад, який не розчиняється у воді, кислотах і лугах:



Чутливість реакції підвищується при додаванні 1 краплі розчину KMnO_4 при цьому осад BaSO_4 набуває фіолетового забарвлення.

Виконання реакції. До 2-4 крапель натрій сульфату додають 2-3 краплі розчину барій хлориду. Спостерігають випадання білого осаду.

2. Реакція з барій родізонатом. SO_4^{2-} -іони знебарвлюють червоний розчин барій родізонату:

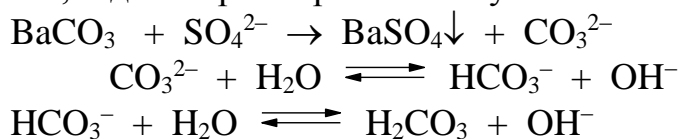


Чутливість реакції 5 мкг.

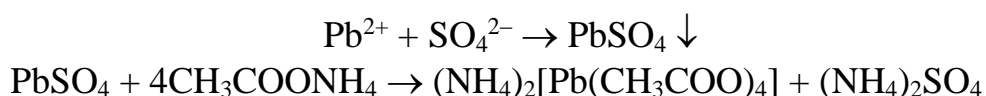
Виконання реакції. На шматочок фільтрувального паперу наносять краплю розчину барій дихлориду BaCl_2 і краплю розчину натрій родізонату або родізонової кислоти. Утворюється червона пляма барій родізонату. Пляму змочують розчином, який досліджують (1-2 краплі). За наявності сульфат-іонів SO_4^{2-} забарвлення миттєво зникає.

3. Реакція з BaCO_3 .

Виконання реакції. 2-3 краплі розчину, що аналізують, з нейтральною реакцією ($\text{pH} = 7$) і 2-3 краплі суспензії BaCO_3 (х.ч.) випаровують у тиглі на водяній бані, сухий залишок змочують 1 краплею розчину фенолфталеїну. За наявності SO_4^{2-} -іонів, індикатор забарвлюється у малиново-червоний колір:



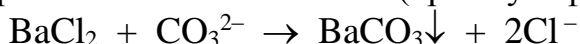
4. Реакція з плумбум(II) нітратом. Плумбум (II) нітрат з SO_4^{2-} -іонами утворює білий кристалічний осад, практично нерозчинний у воді та кислотах, добре розчинний в амоній ацетаті, завдяки утворенню стійкого ацетатного комплексу:



Виконання реакції. До 2-3 крапель розчину натрій сульфату додають 2-3 краплі розчину плюмбум(II) нітрату. Спостерігають утворення білого осаду.

Виявлення CO_3^{2-} -іонів

5. Реакція з барій дихлоридом. Барій дихлорид утворює з CO_3^{2-} -іонами білий осад, який розчиняється в кислотах (крім сульфатної кислоти):



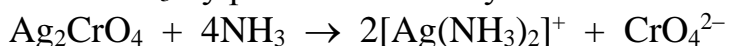
Виконання реакції. До 5 крапель розчину натрій карбонату додають 2-3 краплі розчину барій дихлориду і спостерігають розчинення осаду в кислотах з одночасним виділенням бульбашок газу.

6. Реакція з кислотами. Карбонати лужних металів добре розчиняються у воді, решта карбонатів – погано. Усі карбонати розчиняються у мінеральних і оцтовій кислотах з виділенням CO_2 .

Виконання реакції. У пробірку до 10 крапель розчину натрій карбонату додають 10 крапель розчину хлоридної кислоти, $C_M=2$. Спостерігають бурхливе виділення газу. Пробірку закривають корком з газовідвідною трубкою, кінець якої занурюють у іншу пробірку з баритовою або вапняною водою. Спостерігають помутніння вапняної (баритової) води.

Виявлення CrO_4^{2-} -іонів

7. Реакція з йонами Ag^+ , Ba^{2+} та Pb^{2+} . З йонами Ag^+ , Ba^{2+} та Pb^{2+} хромат-іон CrO_4^{2-} утворюють важкорозчинні сполуки: Ag_2CrO_4 – цеглисто-червоного кольору, розчинний в HNO_3 і у розчині амоніаку:



BaCrO_4 – жовтий осад, розчинний в HNO_3 , PbCrO_4 – жовтий осад, розчинний в HNO_3 і в розчинах їдких лугів:

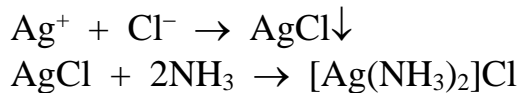


2.3.1.2 Якісні реакції аніонів II аналітичної групи

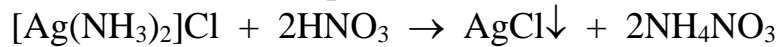
До другої групи аніонів належать йони, що утворюють з йонами Аргентуму солі, які погано розчинні у воді й нітратній кислоті: хлорид-, йодид-, бромід-, сульфід- та ін. Груповим реактивом на аніони II групи є нітрат Аргентуму у середовищі нітратної кислоти. Хлорид Барію не осаджує аніони II групи. Солі аніонів II групи з катіонами I групи безбарвні.

Виявлення Cl^- -іонів

8. Реакція з аргентум (I) нітратом. Аргентум (I) нітрат утворює з Cl^- -іонами сироподібний білий осад, розчинний у розчині аміаку, нерозчинний у розведених кислотах:



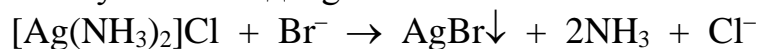
При дії HNO_3 комплексний іон розкладається:



☞ AgCl розчиняється у розчинах $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ і $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, на відміну від аргентум броміду і йодиду AgBr і AgI , з утворенням дуже стійких комплексів: $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-}$ і $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$.

Виконання реакції. До 2 крапель розчину натрій хлориду добавляють 2 краплі розчину аргентум нітрату. До утвореного білого осаду добавляють концентрований розчин амоніаку до повного розчинення осаду. Отриманий розчин підкислюють концентрованою нітратною кислотою і спостерігають випадання білого осаду.

☞ Виявлення Cl^- -іонів за наявності Br^- і I^- -іонів. На відміну від AgCl ($\text{ДР} = 1,56 \cdot 10^{-10}$), AgI практично нерозчинний у розчині аміаку ($\text{ДР} = 1,5 \cdot 10^{-16}$), а AgBr ($\text{ДР} = 7,7 \cdot 10^{-13}$) розчиняється у розчині аміаку і заважає виявленню Cl^- -іонів аргентум (I) нітратом. Щоб зменшити розчинність AgBr , осад AgCl , AgBr , AgI обробляють 12 %-ним розчином $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, при цьому AgCl перейде в розчин у вигляді $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$. Після вилучення осаду в центрифугаті (фільтраті) виявляють Cl^- -іони розчином KBr . За наявності Cl^- -іонів випадає жовтуватий осад AgBr :



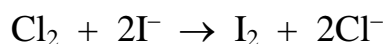
9. Реакції з сильними окисниками. Під дією сильних окисників типу MnO_2 , KMnO_4 , PbO_2 у кислому середовищі Cl^- -іони окиснюються до вільного хлору:



або



Cl_2 виявляють за запахом або посинінням йод-крохмального паперу:



Заважають: Br^- , I^- -іони.

Виконання реакції. До суміші, що містить 4-5 крапель калій хлориду і 2-3 краплі розбавленої сульфатної кислоти, добавляють кілька крапель розчину KMnO_4 . Реакційну суміш нагрівають і спостерігають знебарвлення розчину.

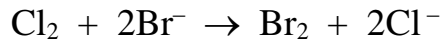
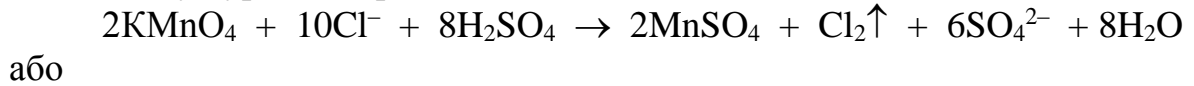
Виявлення Br^- -іонів

10. Реакція з аргентум (I) нітратом. Аргентум (I) нітрат осаджує жовтуватий осад AgBr , нерозчинний в HNO_3 , розчинний в концентрованих розчинах NH_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ та KCN з утворенням $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Br}$, $\text{Na}_3[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]$, $\text{K}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$ відповідно.

Виконання реакції. До 4 крапель натрій броміду добавляють стільки ж аргентум нітрату. Розчин з осадом ділять на дві частини, до однієї добавляють

розчин натрій тіосульфату, а до другої – концентрований розчин амоніаку і порівнюють розчинення осаду AgBr в обох пробірках.

11. Реакції з сильними окисниками. Окисники типу KMnO_4 , MnO_2 , NaClO , хлорна вода у кислому середовищі окиснюють Br^- -іони до вільного бром, який добре екстрагується CCl_4 , CHCl_3 , CS_2 або етером (ефіром), забарвлюючи їх у бурий колір:



Виконання реакції. До 3-4 крапель натрій броміду добавляють 2-3 краплі розчину сульфатної кислоти і 2-3 краплі калій перманганату. Пробірку нагрівають і спостерігають зникнення рожевого забарвлення калій перманганату. Потім у пробірку наливають $0,5 \text{ см}^3$ органічного розчинника, пробірку енергійно струшують і спостерігають забарвлення шару органічного розчинника в жовтий колір.

Заважають: I^- -іони.

Виявлення I^- -іонів

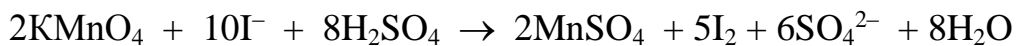
12. Реакція з плюмбум(II) нітратом або ацетатом. Солі Pb^{2+} осаджують жовтий осад PbI_2 :



Осад розчиняється у гарячій воді і випадає при охолодженні у вигляді золотистих пластівців.

Виконання реакції. До 3 крапель розчину калій йодиду добавляють 2-3 краплі розчину солі Плюмбуму(II). До утвореного жовтого осаду добавляють 1 см^3 води, 2-3 краплі ацетатної кислоти і нагрівають суміш на водяному нагрівнику до повного розчинення осаду. Осад охолоджують і спостерігають утворення золотистих кристалів солі PbI_2 .

13. Реакції з сильними окисниками. Окисники типу KMnO_4 , CrO_4^{2-} , NaClO , хлорна вода у кислому середовищі окиснюють I^- -іони до вільного йоду:

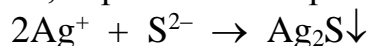


Виконання реакції. До 3-4 крапель натрій йодиду добавляють 2-3 краплі розчину сульфатної кислоти і 2-3 краплі калій перманганату. Пробірку нагрівають до зникнення рожевого забарвлення калій перманганату. Потім на фільтрувальний папір наносять 2-3 краплі 1% розчину крохмалю і 2-3 краплі розчину з пробірки. У присутності йоду на виникає синє забарвлення.

↳ Зверніть увагу, що у присутності лише йонів Cl^- під час реакції окиснення з калій перманганатом, розчин знебарвиться; у присутності Br^- або I^-

-іонів – забарвиться у жовтуватий колір, але при цьому, якщо у розчині присутні йони Γ , то при нанесенні цього розчину на фільтрувальний папір змочений крохмалем буде спостерігатись посиніння.

14. Реакція з аргентум (I) нітратом. Аргентум(I) нітрат утворює з сульфід-іонами чорний осад, нерозчинний у розведеній HNO_3 на холоді, розчинний при нагріванні, нерозчинний в розчині аміаку:



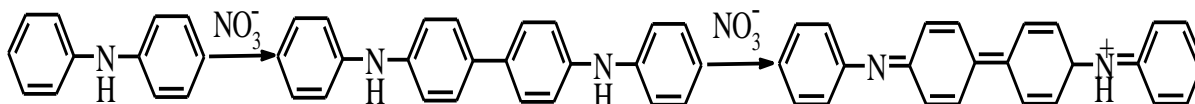
Виконання реакції. До 2 крапель натрій сульфїду добавляють стільки ж аргентум нітрату. Спостерігають випадання чорного осаду і перевіряють розчинення осаду в розчині натрій тіосульфату.

2.3.1.3. Якісні реакції аніонів III аналітичної групи

До третьої аналітичної групи відносять аніони NO_3^- , NO_2^- , ClO^- , ClO_3^- , ClO_4^- , CH_3COO^- . Ці аніони не осаджуються барій хлоридом і аргентум нітратом і, таким чином не мають групового реактиву. Крім CH_3COO^- -іонів, усі аніони цієї групи є аніонами-окиснювачами.

Виявлення NO_3^- -іонів

15. Реакція з дифеніламіном. Дифеніламін $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$ у сильноокислому середовищі з NO_3^- -іонами утворює сполуку інтенсивно-синього кольору, яка при подальшому окисненні переходить у сполуку білого кольору:

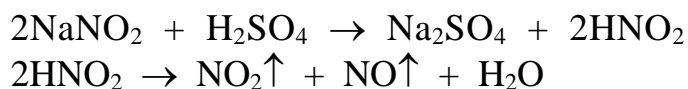


Реакція з дифеніламіном застосовується також для виявлення MnO_4^- та NO_2^- -іонів. Чутливість реакції 0,5 мкг.

Виконання реакції. У пробірку вносять кілька крапель розчину натрій нітрату і по стінках пробірки краплями добавляють розчин дифеніламіну. За наявності в розчині аніонів NO_3^- на стінках пробірки утворюється сполука синього кольору. При збовтуванні розчину синє забарвлення зникає внаслідок подальшого окиснення дифеніламіну.

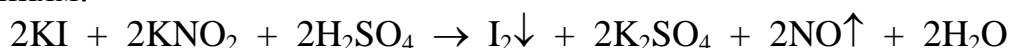
Виявлення NO_2^- -іонів

16. Реакція з кислотами. Розведені кислоти, наприклад, сульфатна (сірчана) кислота, розкладають усі нітрити на холоді з виділенням оксидів нітрогену:



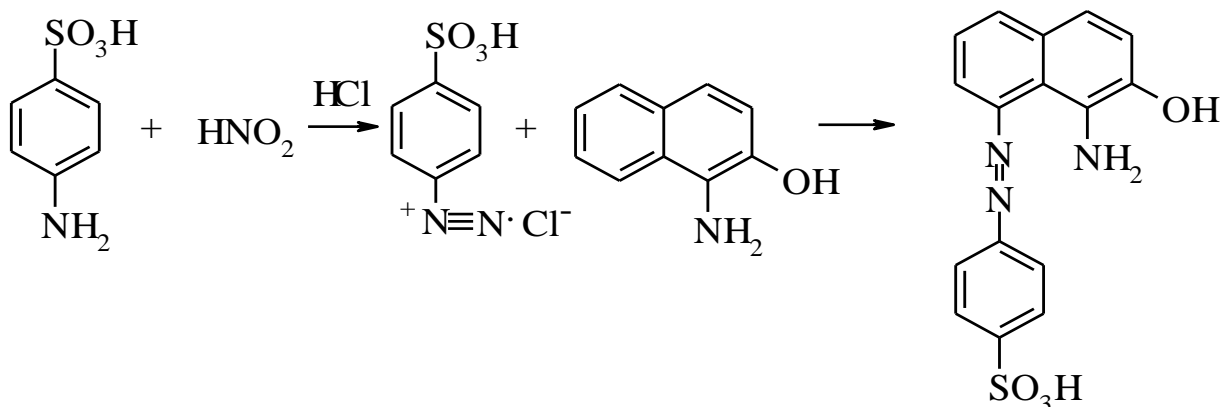
Виконання реакції. До 3 крапель розчину натрій нітриту добавляють 4 краплі розбавленої сульфатної кислоти. Бурий газ, що виділяється, зручно спостерігати на фоні білого паперу.

17. Реакція з калій йодидом. Калій йодид взаємодіє з нітритами за рівнянням:




Виконання реакції. На йодкрохмальний папірець наносять краплю розчину натрій нітриту і краплю розчину сульфатної кислоти. Спостерігають за утворенням синьої плями.

18. Реакція з сульфоніловою кислотою і 1-аміно-2-нафтолом (реактив Грісса). Реакція протікає з утворенням азобарвника яскраво-червоного кольору:



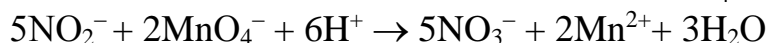
Чутливість реакції – 0,01 мкг.

Виконання реакції. У пробірку вмішують 3 краплі дистильованої води, додають 1 краплю нітриту натрію і 1-2 краплі реактиву Грісса.

 Реакція дуже чутлива і використовується для виявлення нітритів у питній воді.

Виявлення MnO_4^- -іонів

19. Реакція з відновниками (оксалатною кислотою $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, натрій нітритом NaNO_2). Відновники у кислотному середовищі відновлюють йони MnO_4^- , які мають червоно-фіолетове забарвлення, до безбарвних іонів Мангану(II):

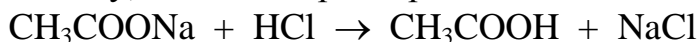


Виконання реакції. До 4 крапель оксалатної кислоти додають 5 крапель сульфатної кислоти і нагрівають суміш до $80\text{ }^\circ\text{C}$. До гарячого розчину краплями додають розчин калій перманганату і спостерігають його знебарвлення.

До 1–2 крапель розчину калій перманганату додають 2-3 краплі розчину сульфатної кислоти, нагрівають до появи випарів і краплями додають розчин натрій нітриту. Червоно-фіолетове забарвлення йонів MnO_4^- зникає.

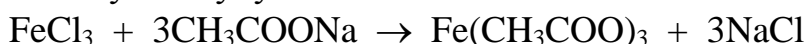
Виявлення CH_3COO^- -іонів

20. Реакція з сильними кислотами. Сильні кислоти виділяють із ацетатів оцтову кислоту, яка має характерний запах:



Виконання реакції. До 4 крапель розчину ацетату добавляють 5 крапель мінеральної кислоти. З'являється характерний запах оцту.

21. Реакція з ферум(III) хлоридом. Ферум(III) хлорид переводить ацетати у комплексну сполуку:



Спочатку утворюється осад червоно-бурого ферум (III) ацетату, який при розведенні водою перетворюється у комплексну сполуку.

Виконання реакції. До 2 см³ нейтрального розчину калій ацетату добавляють 0,2 см³ розчину ферум(III) хлориду. З'являється червоно-буре забарвлення, яке зникає при добавлянні розбавлених мінеральних кислот.

2.3.2 Визначення складу запропонованої невідомої речовини краплинним аналізом

Першим етапом якісного дослідження складного матеріалу є попередні досліди, результати яких дають можливість визначити напрям подальшої роботи. Досліджуваний зразок може бути розчином або твердою речовиною. Якщо досліджуваний зразок є розчином, то його ділять на три частини: одну частину використовують для попередніх дослідів, другу – для проведення основного аналізу, третю частину використовують для повторного дослідження. Потім відбирають від частини розчину призначеної для основного аналізу пробу і виконують аналіз краплинним методом за описаною нижче схемою. Якщо досліджуваний зразок тверда речовина, слід його спочатку старанно оглянути. Оглядом можна встановити металічний або неметалічний характер має проба. Якщо проба неметалічна (аналіз металічної проби див. нижче), звертають увагу на її колір і кристалічну структуру. Синє або блакитне забарвлення зразка вказує на можливу присутність у ньому йонів Купруму, зелене забарвлення – йонів Ніколу, рожеве – солей Кобальту тощо.

Розглянувши зразок під мікроскопом, можна встановити його однорідність або неоднорідність і, таким чином, зробити попередній висновок про те, чи є досліджуваний матеріал індивідуальною сполукою чи сумішшю кількох речовин.

Для подальшої роботи досліджуваний матеріал необхідно подрібнити, щоб відібрана для аналізу проба була однорідна і відображала справжній хімічний склад усього матеріалу. Зразок розтирають у фарфоровій ступці на дрібний порошок. Для подрібнення твердого матеріалу окремі шматочки

спочатку розбивають у сталевій ступці, а потім закінчують розтирання в агатовій ступці.

Для подальшого аналізу готують розчин подрібненого зразка, попередньо підібравши розчинник. Для цього беруть невеликі кількості зразку (на кінчику ножа) і розчиняють їх у воді або кислотах. Вибравши розчинник, розчиняють 0,5-1 г проби в 20-25 см³.

Порядок проведення аналізу

☞ *Розчинення у воді.* Пробують розчинити зразок у холодній, якщо не розчиняється, то у гарячій воді. Після повного розчинення визначають лакмусом реакцію утвореного розчину. Кисла реакція свідчить про наявність вільних кислот, кислих солей або солей слабких основ і сильних кислот, які легко гідролізуються. Лужна реакція розчину буде тоді, коли в розчині містяться вільні луги, середні та кислі солі слабких кислот і сильних основ. Слід звернути увагу також на колір утвореного розчину: жовтий колір вказує на присутність катіонів Феруму(III), рожевий – Кобальту(II), яскраво-зелений – Ніколу(II), блакитний – Купруму(II), зелений – Хрому (III).

☞ *Розчинення в кислотах.* Якщо запропонована суха речовина не розчиняється у воді, розчиняють речовину в нітратній кислоті (Сн=2) при звичайній температурі і, якщо потрібно, при нагріванні. Уважно стежать за явищами, що відбуваються при розчиненні. Наприклад, карбонати, які не розчиняються у воді, при розчиненні в кислотах бурхливо виділяють вуглекислий газ. Запах сірководню або сірчистого газу вказує на присутність сульфідів, сульфідів або тіосульфатів металів, запах оцту свідчить про присутність ацетатів (СН₃СОО⁻-аніону). Виділення бурого газу може свідчити про наявність в пробі нітритів або одночасно нітратів і аніонів-відновників. У соляній кислоті не розчиняється ряд сполук, на які діє нітратна кислота, наприклад сульфід Купруму, Гідраргіруму, Бісмуту. Тому, незалежно від проб із хлоридною кислотою, другу частину речовини розчиняють в.

Утворений розчин аналізують на всі катіони та аніони.

☞ *Дослідження на катіони першої аналітичної групи.*

До 0,5 см³ розчину, який аналізують, приливають 0,5 см³ розчину Na₂CO₃. Якщо осад не випав, то в розчині присутні лише катіони першої аналітичної групи (NH₄⁺, K⁺, Na⁺, Li⁺), тому що всі інші катіони утворюють осад з Na₂CO₃. Із нової проби виявляють катіони першої аналітичної групи (див. систематичний аналіз I групи катіонів).

☞ *Дослідження на катіони другої аналітичної групи.*

Якщо при дії Na_2CO_3 випадає осад, то нову порцію розчину обробляють розчином HCl з $C_n=2$. Осад, що утворюється при дії HCl , відокремлюють центрифугуванням, промивають водою і виявляють у ньому катіони другої аналітичної групи (Ag^+ , Hg_2^{2+} , Pb^{2+}) (див. систематичний аналіз II групи катіонів).

☞ *Дослідження на катіони третьої аналітичної групи.*

До $0,5 \text{ см}^3$ розчину, який аналізують, приливають розчин сульфатної (сірчаної) кислоти з $C_n = 2$ і нагрівають. Якщо осад випав, то це свідчить про наявність катіонів третьої аналітичної групи (Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}), які виявляють за допомогою характерних реакцій (див. систематичний аналіз III групи катіонів).

☞ *Дослідження на катіони четвертої аналітичної групи*

Якщо при дії розчину HCl та H_2SO_4 осад не утворюється, то до $0,5 \text{ см}^3$ розчину додають надлишок розчину NaOH . Розчинення осаду, що утворився від добавляння перших крапель NaOH , в надлишку лугу свідчить про наявність катіонів четвертої аналітичної групи (Al^{3+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{2+} , Sn (IV)) (див. систематичний аналіз IV групи катіонів).

☞ *Дослідження на катіони п'ятої аналітичної групи.*

Якщо при дії розчину NaOH на розчин, що аналізують, утворюється осад, який не розчиняється у надлишку лугу та у надлишку концентрованого аміаку, то це свідчить про наявність катіонів п'ятої V аналітичної групи (Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Mn^{2+}) (див. систематичний аналіз групи катіонів).

☞ *Дослідження на катіони шостої аналітичної групи*

До $0,5 \text{ см}^3$ розчину, що аналізують, додають краплями розчин аміаку. Якщо утворюється осад, який розчиняється у надлишку аміаку, то це свідчить про наявність катіонів шостої аналітичної групи (Cu^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+}) (див. систематичний аналіз VI групи катіонів).

☞ *Дослідження на аніони першої аналітичної групи.*

До $0,5 \text{ см}^3$ нейтрального або слабколужного розчину додають $0,5 \text{ см}^3$ розчину BaCl_2 . Якщо осад випадає, то це свідчить про наявність аніонів першої аналітичної групи (див. систематичний аналіз суміші аніонів).

☞ *Дослідження на аніони другої аналітичної групи.*

До $0,5 \text{ см}^3$ розчину, який досліджують, приливають краплями розчин AgNO_3 . Випадання осаду свідчить про наявність аніонів другої аналітичної групи.

☞ *Дослідження на аніони третьої аналітичної групи.*

Якщо від дії розчинів BaCl_2 і AgNO_3 осади не випали, то, можливо, присутні аніони третьої аналітичної групи, які виявляють характерними реакціями.

2.4 Висновок У висновку зазначте формулу запропонованої невідомої речовини, роль вивчених вами якісних реакцій у проведенні аналізу.

2.5 Контрольні питання

1. На скільки аналітичних груп і за якими ознаками поділяють аніони?
2. Після дії на досліджуваний розчин хлорної води шар хлороформу забарвився в червоно-фіолетовий колір. Про наявність яких аніонів це свідчить?
3. Яка реакція найбільш характерна на карбонат-іони?
4. Яку реакцію використовують для виявлення нітрит-іонів у питній воді?
5. Яка реакція найбільш характерна для виявлення ацетат-іону?
6. Як проводять краплинний аналіз?
7. Як можна застосувати краплинний аналіз для проведення аналізу невідомої речовини?

Лабораторна робота № 3

Розчини. Приготування і визначення концентрації розчину

3.1 Мета: навчитись готувати розчини заданої концентрації та визначати концентрацію розчину за допомогою ареометрів.

3.2 Короткі теоретичні відомості. Істинні (молекулярні) розчини – це системи, в яких розчинена речовина знаходиться у вигляді молекул або йонів. Розмір частинок менше 1 нм.

Розчинами називають гомогенні (однорідні), термодинамічно стійкі системи змінного складу із двох або більше компонентів.

Розчини займають проміжний стан між хімічними сполуками і механічними сумішами. Склад розчинів в деякому інтервалі концентрацій, температур і тиску може змінюватися безперервно. Відсутність сталості складу і неможливість застосування законів стехіометрії наближує розчин до механічної суміші. Їхня подібність до хімічних сполук полягає в однорідності, значних об'ємних і енергетичних ефектах, якими супроводжується процес розчинення більшості речовин.

Розчини бувають газовими (повітря), рідкими (морська вода) і твердими (сплави). Найбільше практичне значення мають рідкі розчини (у хімії, біології, медицині, промисловості та ін.).

Розчини складаються із розчинника і розчиненої речовини (речовин), хоча ці поняття умовні, але прийнято вважати для розчинів газів і твердих речовин у рідині, що рідина є розчинником. У інших випадках розчинником вважається той компонент, якого більше.

Розчинність – це здатність речовини розчинятися у тому чи іншому розчиннику. Розчинність речовини вимірюється концентрацією її насиченого розчину і виражається значенням коефіцієнта розчинності (S) – масою

речовини, яка розчиняється за даних умов у 100 грамах розчинника з утворенням насиченого розчину.

Процес розчинення пов'язаний з дифузією, тобто самодовільним розподілом частинок однієї речовини між частинками іншої і розчин залишається ненасиченим до того часу, доки у системі не настає стан рівноваги. Розчин стає насиченим (за даних умов і може існувати невизначено довго). Перенасичений розчин – розчин, концентрація якого вище концентрації насиченого розчину за даних умов (T і P). Пересичені розчини нестійкі і легко перетворюються у насичені, виділяючи надлишок речовини в осад.

Розчинність речовини наводиться у спеціальних таблицях або у вигляді кривих розчинності, які показують залежність між розчинністю і температурою.

Розчинність залежить від трьох чинників: природи речовини, її агрегатного стану і зовнішніх умов (T , P та ін.).

До теперішнього часу відсутня єдина теорія, за допомогою якої можна було б передбачити і обчислити розчинність. Багатовіковий досвід виробив правило – **подібне розчиняється в подібному**. Наприклад, розчинність неполярних і мало полярних речовин у полярних розчинниках (вода) є невелика.

Основними способами вираження концентрації розчинів є:

– **масова частка (W)** – це відношення маси розчиненої речовини до маси розчину:

$$W = \frac{m_2}{m_1 + m_2} \text{ або } W\% = \frac{m_2}{m_1 + m_2} \cdot 100\%,$$

де m_1 – маса розчинника, г; m_2 – маса розчиненої речовини, г;

– **молярна концентрація (C_M)** – це кількість молів розчиненої речовини в 1 л розчину, моль/л:

$$C_M = \frac{\nu}{V} = \frac{m_2}{M_2 \cdot V},$$

де ν – кількість молів розчиненої речовини, моль; V – об'єм розчину, л; m_2 – маса розчиненої речовини, г; M_2 – молярна маса розчиненої речовини, г/моль;

– **молярна концентрація (C_m)** – це кількість молів розчиненої речовини в 1 кг (1000 г) розчинника, наприклад, води:

$$C_m = \frac{m_2 \cdot 1000}{m_1 \cdot M_2},$$

де m_1 і m_2 – маса розчинника і розчиненої речовини відповідно, M_2 – молярна маса розчиненої речовини;

– **молярна частка (N₂)** – це відношення кількості молів розчиненої речовини (n_2) до загальної кількості молів у системі. Для бінарного розчину:

$$N_2 = \frac{n_2}{n_1 + n_2}$$

– **молярна концентрація еквіваленту або нормальність (C_H)** – це кількість моль-еквівалентів розчиненої речовини в 1 л розчину, моль/л або моль-екв/л:

$$C_H = \frac{m_2}{m_e \cdot V},$$

де m_e – еквівалентна маса, г/моль; m_2 – маса розчиненої речовини, г; V – об'єм розчину, л;

– **титр розчину (Т)** – це маса розчиненої речовини, яка міститься у 1 см³ розчину:

$$T = \frac{C_H \cdot m_e}{1000} \text{ або } T = \frac{m}{V}$$

де C_H – молярна концентрація еквіваленту розчиненої речовини, моль/л; m_e – еквівалентна маса, г/моль; m – маса розчиненої речовини, г; V – об'єм розчину, мл.

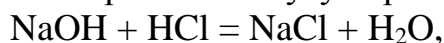
Для визначення **нормальності одного розчину за нормальністю іншого розчину** формулою: $C_{H1} \cdot V_1 = C_{H2} \cdot V_2$, де C_{H1} і C_{H2} та V_1 і V_2 – молярна концентрація еквіваленту та об'єм розчинів 1 і 2 відповідно.

Методи кількісного визначення складу розчину

Метод денсиметрії – визначення густини розчину за допомогою ареометра. Ареометр – це прилад для вимірювання густини рідини. Ареометр представляє собою поплавець з дробом або ртуттю і вузьким відростком – трубкою, в якій знаходиться шкала з поділами. Шкала градуєвана в одиницях густини (кг/м³ або г/см³). Коли ареометр занурений в рідину, то рівень її поверхні збігається з тою поділкою на шкалі, що показує густину цієї рідини. Знаючи густину розчину, можна в довідковій літературі знайти масову частку розчиненої речовини.

Титрування – це метод кількісного хімічного аналізу, заснований на вимірюванні об'єму розчину з відомою концентрацією, витраченого на реакцію з розчином речовини невідомої концентрації, яку потрібно виміряти. Залежно від типу реакції, що лежить в основі процесу титрування, розрізняють кислотно-основне титрування, окислювально-відновне і т.д.

Для визначення концентрації кислоти застосовується кислотно-основне титрування розчином лугу. При цьому протікає реакція нейтралізації:



до якої можна застосувати закон еквівалентів:

$$m(\text{NaOH}) / m(\text{HCl}) = m_e(\text{NaOH}) / m_e(\text{HCl})$$

Для визначення еквівалентної концентрації кислоти необхідно знати концентрацію лугу і об'єми розчинів кислоти і лугу, що вступили в реакцію, а потім за формулою $C_{H1} \cdot V_1 = C_{H2} \cdot V_2$, розрахувати необхідну концентрацію.

Фізико-хімічні методи: фотоколориметричний, спектрофотометричний, атомно-абсорбційний, рефрактометричний, поляриметричний, потенціометричний, хроматографічний, радіометричний. Детально методи визначення складу розчинів будуть розглянуті в наступних лабораторних роботах курсу.

Прилади і реактиви: мірні колби – на 50 мл 6 шт., на 100 мл 6 шт., набір ареометрів, сіль натрій хлорид 300 г, терези, мірні циліндри, піпетки на 25, 50 мл.

3.3 Експериментальна частина

3.3.1 Приготувати розчин із заданою масовою часткою з наважки солі

Завдання

- приготувати розчин з наважки солі;
- виміряти густину приготованого розчину.
- обчислити молярну, нормальну, моляльну концентрації отриманого розчину, а також його титр і мольну частку солі в розчині.

Порядок виконання експерименту

1. Отримати у викладача варіант на виконання дослідів.

Таблиця 3.1 – Варіанти завдань

Варіант	1	2	3	4	5
$W_{\text{NaCl, \%}}$	4	6	8	10	12

2. Розрахувати, скільки солі та води потрібно для приготування розчину заданої концентрації загальним об'ємом 100 мл.
3. Необхідну кількість солі перенести в мірну колбу. Невеликими порціями вливати воду в колбу при постійному перемішуванні. Після розчинення солі довести розчин до мітки.
4. Отриманий розчин перелити в циліндр (на 50 мл) і ареометром виміряти його густину. Порівняти показання ареометра із табличними даними (табл. 3.2).

Таблиця 3.2 – Густина розчину (ρ' , г/мл) солі NaCl при 20°C

W, %	ρ , г/мл
1	1,0053
2	1,0125
4	1,0268
6	1,0413
8	1,0559
10	1,0707
12	1,0857
14	1,1009
16	1,1162
18	1,1319
20	1,1478
22	1,1640
24	1,1804

5. Розрахувати похибку експерименту:

$$\Delta = | \rho_{\text{пратк}} - \rho_{\text{теорет}} | \text{ (абсолютна похибка)}$$

$$\delta = \frac{|\Delta|}{\rho_{\text{теорет}}} \cdot 100\% \text{ (відносна похибка)}$$

6. Визначити масову частку, приготованого Вами розчину методом інтерполяції.

Метод інтерполяції полягає у визначенні проміжного, між табличними, значення шуканої величини. Припустимо, що за допомогою ареометра визначено густину розчину хлориду натрію 1,081. За методом інтерполяції розрахунок проводять у наступному порядку:

- по таблиці густин знаходять менше і більше значення масової частки NaCl і густини розчинів, наприклад, менше значення $\omega = 10\%$, менше значення густини = 1,0707 г/мл; більше значення $\omega = 12\%$, більше значення густини = 1,0857 г/мл;
- знаходять різницю між табличними значеннями густин і концентрацій:
 $1,0857 - 1,0707 = 0,015$ (г/мл),
 $10 - 12 = 2$ (%);
- знаходять різницю між значенням густини, визначеної ареометром, і меншим табличним: $1,081 - 1,0707 = 0,0103$ (г/мл);
- складають пропорцію і вирішують її:
 2 (%) – 0,015 (г/мл)
 x – 0,0103 (г/мл)
 $x = 2 \cdot 0,0103 / 0,015 = 1,37$ %;
- знайдене число додають до меншого табличного значення масової частки і отримують масову частку NaCl в розчині з густиною 1,081:
 $10 + 1,37 = 11,37$ %.

7. Використовуючи величину густини розчину і відсоткову концентрацію (%), обчислити молярну, нормальну, моляльну концентрації отриманого розчину, а також його титр і мольну частку солі в розчині. Повинні бути приведені повні розрахунки: з назвами концентрацій, формулами для розрахунку концентрацій, значеннями, що використовуються для розрахунку величин та зазначенням одиниць виміру (розмірності). Отримані результати подати у вигляді таблиці 3.3.

Таблиця 3.3 – Результати експерименту

Вихідні дані			Визначені значення				Розраховані концентрації			
Маса солі, г	Маса води, г	ω , %	$\rho_{теорет.}$, г/мл	$\rho_{експер.}$, г/мл	Відн. похиб.	ω , % екстрапол.	C_M	N	T	C_m

3.3.2 Приготувати розчин із заданою масовою часткою із розчину солі натрій хлориду відомої концентрації

Завдання

- з розчину приготованого у п. 3.3.1 приготувати розчин з концентрацією на 2% меншою та на 4% більшою;
- виміряти густину приготованого розчину.
- порівняти отримані дані з табличними.

Порядок виконання експерименту

1. Розрахувати, скільки приготованого Вами розчину, необхідно змішати з водою, щоб отримати 50 мл розчину з концентрацією на 2% меншою, ніж було вказано у вашому варіанті.
2. Необхідну кількість розчину, приготованого у п. 3.3.1 перенести в мірну колбу на 50 мл. Довести розчин до мітки дистильованою водою.
3. Отриманий розчин перелити в циліндр (на 50 мл) і ареометром виміряти його густину. Порівняти показання ареометра із табличними даними (табл. 3.2).
4. Розрахувати похибку експерименту:

$$\Delta = | \rho_{практик} - \rho_{теорет} | \text{ (абсолютна похибка)}$$

$$\delta = \frac{|\Delta|}{\rho_{теорет}} \cdot 100\% \text{ (відносна похибка)}$$

5. Визначити масову частку, приготованого Вами розчину методом інтерполяції.
6. Розрахувати, скільки солі, необхідно додати до приготованого Вами у п. 3.3.1 розчину, щоб отримати 50 мл розчину з концентрацією на 4% більшою, ніж було вказано у вашому варіанті.
7. Необхідну кількість розчину, приготованого у п. 3.3.1 перенести в мірну колбу на 50 мл. Відважити на терезах розраховану кількість солі натрій хлор

і перенести в мірну колбу. Після розчинення солі, довести розчин до мітки дистильованою водою.

8. Отриманий розчин перелити в циліндр (на 50 мл) і ареометром виміряти його густину. Порівняти показання ареометра із табличними даними (табл. 3.2).
 9. Розрахувати похибку експерименту:
 10. Визначити масову частку, приготованого Вами розчину методом інтерполяції.
 11. Повинні бути приведені повні розрахунки: формулами для розрахунку концентрацій, значення, що використовуються для розрахунку величин та зазначенням одиниць виміру (розмірності).
- Отримані результати подати у вигляді:

Вихідні дані:

ω , % вихідного розчину =
 ρ , г/мл вихідного розчину =
 V , мл вихідного розчину =

Приготування 50 мл розчину з концентрацією на 2% меншою за вихідний:

V , мл вихідного розчину, взітого для приготування =
 V , мл дистильованої води, взітої для приготування =
 ρ , г/мл приготованого розчину =
 ω , % інтерпольована, приготованого розчину =
відносна похибка, % =

Приготування 50 мл розчину з концентрацією на 4% більшою за вихідний:

V , мл вихідного розчину, взітого для приготування =
 m , г солі, взітої для приготування =
 V , мл дистильованої води, взітої для приготування =
 ρ , г/мл приготованого розчину =
 ω , % інтерпольована, приготованого розчину =
відносна похибка, % =

3.4 Висновки: у висновку зазначте, розчини якої концентрації були вами приготовані методом денсиметрії, скільки відсотків склала похибка. Поясніть причину виникнення похибки.

3.5 Контрольні питання

1. Що називають істинними розчинами?
2. Поясніть правило «Подібне розчиняється в подібному».
3. Що являє собою метод денсиметрії?

4. Які метои встановлення точної концентрації речовини ви можете назвати?
5. Як розраховується масова частка?
6. Як розраховується молярна концентрація?
7. Як розраховується молярна концентрація еквіваленту?
8. Як перерахувати молярну концентрацію у масову частку розчину?
9. Як перерахувати молярну концентрацію у молярну концентрацію еквіваленту?
10. Як перерахувати масову частку розчину у молярну концентрацію?

Лабораторна робота № 4

Буферні розчини. Визначення активної кислотності

4.1 Мета: навчитись готувати буферні розчини, дослідити властивості буферних розчинів; навчитись вимірювати активну кислотність.

4.2 Короткі теоретичні відомості. Для підтримання значення рН практично незмінним застосовують *буферні розчини*. Це суміш слабкої кислоти (або основи) та її солі, яка здатна зв'язувати йони H^+ і OH^- при додаванні незначних, помірних кількостей сильних кислот або лугів. Наприклад:

- кислотний буферний розчин (буфер): суміш CH_3COOH та CH_3COONa (ацетатний буфер);
- основний буферний розчин: суміш $NH_3 \cdot H_2O$ та NH_4Cl (аміачний буфер).

На практиці знаходять застосування й інші буфери:

$H_2CO_3 + NaHCO_3$ – дикарбонатний буфер;

$NaH_2PO_4 + Na_2HPO_4$ – фосфатний буфер та ін.

Механізм дії буферного розчину розглянемо на прикладі ацетатного буферу: CH_3COOH / CH_3COO^- , $CH_3COOH \rightleftharpoons H^+ + CH_3COO^-$.

В результаті додавання до розчину кислоти (надлишку H^+) рН розчину залишається постійним за рахунок зв'язування надлишкових H^+ -йонів CH_3COO^- -йонами, з утворенням слабкої кислоти CH_3COOH . Коли ж додати луг, то OH^- -йони будуть зв'язуватися в слабкий електроліт H_2O : $H^+ + OH^- = H_2O$.

рН кислотного буферу розраховується за формулою:

$$pH = pK_a - \lg(C_K / C_C)$$

$$\text{для основного буферу: } pH = 14 - pK_b + \lg(C_O / C_C),$$

де C_K , C_O , C_C – молярна концентрація кислоти, основи та солі відповідно.

рН буферного розчину не змінюється і під час розбавлення, оскільки залежить лише від співвідношення концентрації солі C_C та кислоти C_K (основи C_O) і не залежить від ступеня розбавлення.

Буферні розчини відіграють важливу роль в регулюванні життєвих процесів в організмах тварини і рослин, широко застосовується в лабораторній практиці.

Розрізняють титровану та активну кислотність.

Титрована кислотність – це кількість вільних кислот, їх кислих солей, та інших речовин, які містяться в досліджуваному продукті.

Активна кислотність зумовлена наявністю йонів водню в розчині. Концентрація йонів водню залежить від ступеню дисоціації кислоти. Розчини різних кислот однакової нормальності будуть мати різну активну кислотність в залежності від ступеню дисоціації даної кислоти.

Не дивлячись на те, що активна кислотність є показником істинної кислотності, якість багатьох харчових продуктів регламентується стандартами по *титрованій кислотності*.

Активна кислотність (рН) – показник концентрації вільних йонів водню в розчині. Визначають рН безпосередньо в харчових продуктах або у водних витяжках, отриманих з них, для більшості яких показник рН є мірою контролю якості (наприклад, при визначенні доброякісності плодкових і овочевих соків, свіжості молока, м'яса тощо), оскільки діяльність ферментів і бактерій, які знаходяться у продуктах, пов'язана з кислотністю середовища.

Концентрацію водневих йонів можна визначити методом потенціометра (арбітражним) і за допомогою універсальних індикаторних папірців (технічний метод).

Потенціометричний метод визначення рН заснований на вимірюванні різниці потенціалів між двома електродами, зануреними в досліджуваний розчин. Один з електродів з постійним і відомим потенціалом є електродом порівняння для другого електроду, потенціал якого залежить від рН досліджуваного розчину. При зануренні електроду в розчин на межі електрод-розчин виникає електричний потенціал, тому що йони електроду переходять в розчин. При цьому електрод заряджається позитивно, а прошарок розчину на межі – від'ємно. Потенціали, які виникають на межі, функціонально пов'язані з активною концентрацією йонів водню. На практиці можна виміряти тільки різницю потенціалів. Тому прилад для вимірювання рН складається з двох напівелементів або електродів: потенціал одного з них прямо або опосередковано залежить від концентрації йонів, які визначають, – він має назву індикаторний електрод і другий, відносно якого вимірюється потенціал індикаторного електроду – має назву електрод порівняння.

Перед проведенням випробувань перевіряють точність приладу по будь-якому буферному розчину з відомим значенням рН. Налаштування за ними приладу детально подається в паспорті на рН-метр. У ємність наливають буферний розчин і в нього занурюють електроди так, щоб кінці електродів цілком знаходилися в розчині. Якщо прилад настроєний правильно, то стрілка шкали

повинна показувати значення рН використаного буферного розчину. При перевірці точності рН-метра рекомендується застосовувати буферний розчин з рН близьким до рН досліджуваного розчину. Потім буферний розчин виливають і кінці електродів ретельно промивають дистильованою водою. Після перевірки за буферним розчином в посудину приладу наливають досліджуваний розчин, поміщають в нього кінці електродів, приєднують прилад і відлічують свідчення за шкалою рН-метра, шкала якого проградуєвана в одиницях рН. Вимірювання рН повторюють 2-3 рази, кожного разу виймаючи електроди з розчину і при вимірюванні знову занурюють їх в розчин.

Значення рН виражають як середнє арифметичне двох-трьох визначень. Точність вимірювань складає $\pm 0,05$ одиниць рН.

Експрес-метод визначення рН ґрунтується на забарвленні індикаторного паперу при змочуванні його дослідним розчином і порівнянні отриманого забарвлення зі шкалою порівняння. Цей метод забезпечує швидкість аналізу, але його можна використовувати тільки для встановлення приблизного значення рН. Існує індикаторний папір типу „Рифан” (межа вимірювань 5,8-7,4), за допомогою якого визначають рН безпосередньо у м'ясних тушах. Значення відхилення рН у порівнянні з потенціометричним методом складає 0,4 одиниці.

Прилади і реактиви: 0,1 н. розчин оцтової кислоти, 0,1 н. розчин ацетату натрію, універсальний індикатор, 0,1 н. розчин NaOH, 0,1 н. розчин HCl, штативи із пробірками, бюретки 5 шт., піпетки на 10 мл 5 шт., піпетки на 1-2 мл 5 шт., рН-метр, фенолфталеїн, 100 мл молока, хімічні стакани, колби конічні, колби плоскодонні на 50-100 мл по 15 шт. кожних.

4.3 Експериментальна частина

4.3.1. Приготування буферних розчинів

рН буферного розчину залежить від природи хімічних сполук, що входять у буферну систему і від співвідношення цих сполук у розчині. Внаслідок чого можна приготувати ряд буферних розчинів з різними, але відомими рН.

Порядок виконання:

- нумерують шість пробірок, наливають у них розчин оцтової кислоти та натрій ацетату у наступних співвідношеннях (табл. 4.1), K_a оцтової кислоти $1,8 \cdot 10^{-5}$;

Таблиця 4.1 – Співвідношення реактивів для приготування ацетатних буферних розчинів та виміряні рН отриманих розчинів

Розчин	№ пробірки
--------	------------

	1	2	3	4	5	6
0,1 н розчин оцтової кислоти, мл	9,8	8,0	5,0	3,0	1,5	0,2
0,1 н розчин натрій ацетату, мл	0,2	2,0	5,0	7,0	8,5	9,8
Значення рН, розраховане						
Значення рН, виміряне рН-метром						
Значення рН, визначене за індикатором						

- користуючись формулою для розрахунку рН кислотного буферу, вираховують рН для кожної пробірки, заносять значення у таблицю 4.1;
- по краплі приготованих сумішей наносять на універсальний індикатор і за характером кольорів визначають рН кожної суміші, заносять значення у таблицю 4.1.;
- визначають рН на потенціометрі (рН-метрі), заносять значення у таблицю;
- у пробірку №1 приливають 1мл 0,1 н. розчин NaOH, а у пробірку №6 – 1мл 0,1 н. розчин HCl. Визначають рН-розчину індикатором або на рН-метрі. Спостереження записують у зошит.
- зробити висновки відповідно до результатів досліджень.

4.3.2 Властивості буферних розчинів.

Порядок виконання:

- готують склянки і наливають у них по 20 мл рідин згідно таблиці 4.2.

Таблиця 4.2 – Результати визначення буферної ємності розчинів

№ п/п	Рідина	рН ₀ (до титрування)	рН ₁ (після титрування)	Доданий луг V ₁ , мл
1	Дистильована вода			
2	Ацетатний буферний розчин з пробірки №2			
3	Молоко			

- вимірюють активну кислотність (рН₀) в усіх стаканах і записують у таблицю;
- до кожної склянки додають по 2-3 краплі фенолфталеїну і титрують з бюретки лугом до появи рожевого забарвлення;
- вимірюють активну кислотність після титрування (рН₁), заносять результати до таблиці 4.2.

Розраховують буферну ємкість розчинів (С) за формулою:

$$C = (N \times V_1) / (pH_1 - pH_0) \times V_0,$$

де N – нормальність лугу;

V_0 – об'єм взятих для аналізу рідин (20 мл – 0,02 л).

Роблять висновок, яка з рідин, що досліджувалась, має найбільшу буферну ємкість.

4.3.3 Вплив розведення на рН буферного розчину та буферну ємність.

Порядок виконання:

- беруть три плоскодонні колби. В кожну з них відміряють по 5 мл оцтової кислоти і по 5 мл оцтовокислого натрію. Вміст колби № 1 залишають нерозведеним, вміст колби № 2 розводять у 2 рази, для чого до одержаної буферної суміші додають рівний об'єм води (10 мл), а вміст колби № 3 розбавляють у 4 рази, для чого до неї додають 30 мл води. Розчини в кожній колбі перемішують;
- нумерують три пробірки і в них відміряють по 2 мл приготованих буферних розчинів: нерозведений, розведений удвічі та розведений у 4 рази. Потім до кожного з розчинів додають по дві краплини універсального індикатору і за кольором визначають реакцію середовища (рН) кожного буферного розчину.
- роблять висновок про те, чи змінюється рН при розведенні буферного розчину;
- у три конічні колби відміряють по 2 мл нерозведеного, розведеного вдвічі та розведеного в 4 рази буферних розчинів. У кожну колбу додають по 2-3 краплі фенолфталеїну і титрують із бюретки лугом, підраховуючи краплі, до появи рожевого кольору;
- роблять висновок, як впливає розведення на буферну ємність розчину.

4.4 Висновок: У висновку зазначте, що характеризує активна кислотність, яким чином її можна виміряти. З якою метою застосовують буферні розчини у методах аналізу.

4.5 Контрольні питання

1. Що таке рН?
2. Як можна визначити рН?
3. Яку кислотність активну чи титровану характеризує рН?
4. Що таке буферні розчини?

5. З якою метою використовують буферні розчини?
6. Що таке буферна ємкість і як її визначити?
7. За якою формулою розраховується рН кислотного буферу?
8. За якою формулою розраховується рН основного буферу?
9. У чому відмінність кислотного та основного буферного розчину?
10. Визначення активної чи титрованої кислотності є арбітражним методом?

Лабораторна робота № 5

Вивчення піноутворювання, драглеутворювання та емульгування

5.1 Мета: дослідити вплив рН середовища та технологічних факторів на піноутворювальну, драглеутворювальну та емульгуючу здатність харчових систем.

Предмет: піноутворювальна здатність, стійкість піни, температура драглеутворення, температура плавлення драгля, емульгуюча здатність, стійкість емульсії.

5.2 Короткі теоретичні відомості

Харчові дисперсні системи (дисперсії) являють собою гетерогенні системи із двох або більше фаз, які не змішуються, із розвиненою поверхнею поділу фаз між ними. Одна з фаз утворює безперервне *дисперсійне середовище*, по об'єму якої розподілена *дисперсна фаза* у вигляді дрібних твердих часток, крапель або пухирців.

Системи з газовим дисперсійним середовищем називають *аерозолями й аеродраглами*, з рідким – *емульсіями й суспензіями*, системи з газовою дисперсною фазою – *пінами*.

Піноутворювальна здатність. Піни досить поширені серед харчових продуктів. Піна являє собою тонку дисперсію *повітря в рідині* або *твердому тілі*. Як і інші колоїдні системи, піни термодинамічно нестабільні. Газ і рідина, з яких вони складаються, прагнуть утворити два шари з мінімальною поверхнею поділу фаз. Тому, щоб піна утворилася й могла існувати, необхідна присутність у системі поверхнево-активних речовин – *піноутворювачів*. Ці речовини найчастіше виконують і роль стабілізаторів пін. Як стабілізатор у харчових технологіях можуть використовувати *білки*.

Піноутворювальна здатність білків – це здатність білків утворювати висококонцентровані системи «рідина-газ». Здатність білків виступати в якості піноутворювача обумовлена наявністю в його складі *гідрофільних* та *гідрофобних* груп.

У складі піни піноутворювач концентруються на поверхні поділу фаз і зменшує поверхневий натяг. Цією властивістю володіють всі розчинні піноутворювачі. Під час збивання їх молекулярні ланцюги дуже тонким шаром розподіляються на поверхні пухирців пухирців піни.

Стійкість піни, у якій білок є піноутворювачем, залежить від його природи, концентрації, температури, рецептури, технології збивання. Білки в якості піноутворювачів широко використовуються в кондитерській промисловості (пастила, зефір, суфле). Структуру піни має хліб, бісквіт, а це впливає на їх смакові властивості.

Утворення емульсій (взаємодія білок-жир). *Емульсіями* називають гетерогенні системи, що складаються із двох рідин, які не змішуються або обмежено змішуються, стабільність яких підтримується за рахунок присутності

спеціально підібраних речовин - емульгаторів. Одна з рідин називається дисперсна фаза, інша - дисперсійне середовище. Їхнє кількісне співвідношення визначає тип емульсії, що утворюється.

Розрізняють прямі емульсії – дисперсійне середовище (звичайно вода) більш полярне, чим дисперсна фаза (наприклад, молоко, маргарин) і зворотні (інертні) емульсії – з менш полярним дисперсійним середовищем (маргарин). Зміна стану емульсії, або зовнішній вплив можуть привести до перетворення прямої емульсії у зворотну або навпаки (рис.5.1). Емульсії поділяють на **розведені** (дисперсна фаза займає по об'єму одну частку %), **концентровані** (одиниці й десятки %) і **висококонцентровані**, або спумодібні (піноподібні).

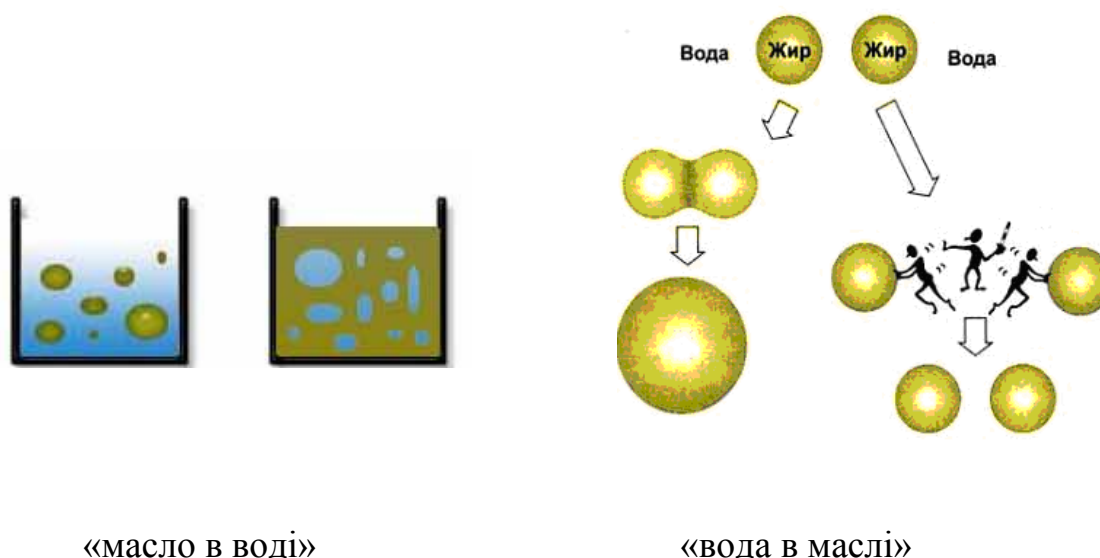


Рисунок 5.1 – Класифікація емульсій та роль емульгаторів в утворенні емульсії

Утворення емульсій – **емульгування** – може відбуватися як у результаті конденсації виділення нової дисперсної фази, так і при диспергуванні однієї рідкої фази в іншій. Диспергування може відбуватися мимовільно або в результаті механічного впливу. Мимовільні емульсії утворюються, наприклад, при простому струшуванні води з жиром. Такі емульсії дуже нестійкі й розшаровуються при стоянні.

Для утворення стійких емульсій застосовують емульгатори – речовини, що знижують поверхневий натяг або підвищують в'язкість середовища. Такими речовинами можуть бути **білки**.

Краплі рідкого жиру нестабільні й згодом легко коалесцюють – маленькі жирові краплі поєднуються у великі. Процес цей украй небажаний, оскільки приводить до ряду дефектів якості емульсованих продуктів. Наявність навколо жирових крапель білкової оболонки зменшує міжфазний поверхневий натяг між жиром і водою (тобто між диспергованою і безперервною фазами) і стабілізує краплі. Концентрація білка повинна бути достатньо високою, щоб його молекули могли взаємодіяти один з одним і утворювати стійку безперервну

плівку на поверхні жирової краплі. Загальна кількість розчинного білка також повинне бути великою, щоб утворити оболонки навколо всіх жирових крапель.

Драглеутворення (взаємодія білок-білок). У процесі теплової обробки взаємодія молекул білка один з одним приводить до формування матриксу з **білкового драглю**. Білковий гель утворюється при нагріванні в результаті розгортання й ад'єктивування білків, що утворюють міцну безперервну поперечно зв'язану просторову мережу, або матрикс.

Утворення безперервної структури білкового гелю істотно впливає на текстурні й органолептичні властивості, а також на вихід продуктів при тепловій обробці.

Білки можуть утворювати термічно необоротні гелі. Це означає, що поперечна зшивка за рахунок хімічних зв'язків, що утворюються між білками в процесі нагрівання, практично не змінюється при охолодженні або повторному нагріванні.

Білкові гелі втримують у сітчастій структурі велику кількість води, зв'язаної як у результаті хімічних реакцій, так і механічно захопленої в осередки.

Залежно від рН і концентрації солі можуть утворюватися гелі зі структурою різного типу, що спричиняє одержання продуктів з різними текстурними й вологоутримуючими властивостями. Як правило, при рН від 6 до 6,5 виходять продукти з максимальною міцною текстурою й прийнятною пружністю. При більш низьких значеннях рН, виходять гелі з м'якою текстурою й слабкою вологоутримуючою здатністю, тому що білки переходять у нерозчинний стан і сильно агрегуються.

Прилади та реактиви: ваги, скляні палички, скляні стакани об'ємом 100 см³, водяна баня, термометр, пробірки, яєчний білок – 500 мл, молоко 100 см³, желатин – 60 г, 9% розчин оцтової кислоти, цукор, натрій хлорид кристалічний, рослинна олія 50 мл, коров'яче молоко, міксер, рН метр, 0,1н. розчин їдкового натру, годинник, піпетка, кристалічна лимонна кислота, лінійка, пробки для пробірок.

5.3 Експериментальна частина

5.3.1 Дослідити вплив технологічних чинників на піноутворювальну здатність яєчного білка.

5.3.1.1 Яєчний білок ретельно відділити від жовтка та перемішати. У три хімічних стакани об'ємом 200 см³ помістити по 40 мл яєчного білка. Перший стакан залишити в якості контролю. Вміст другого стакану охолодити до температури 2-3°C, вміст третього стакану прогріти на водяні бані до температури – 30°C.

В усіх зразках визначити піноутворювальну здатність білка та стійкість піни. Для визначення піноутворювальної здатності білок необхідно збивати

протягом 2-3 хв при низькій швидкості обертів лопастей міксеру, після появи білої піни швидкість обертання лопастей необхідно збільшити до 180 об/хв. Коли білки збільшаться в об'ємі у 2-2,5 рази й перетворяться на піноподібну масу, швидкість збивання необхідно збільшити до 260-300 об/хв. Загальна тривалість збивання білків має знаходитися в межах 10-20 хв в залежності від піноутворювальної здатності білків. Після утворення стійкої піни визначити кратність піни та стійкість піни.

Кратність піни визначають за формулою:

$$K = V_{\text{п}} / V_{\text{ж}},$$

де $V_{\text{п}}$ – об'єм піни, що утворився, см^3

$V_{\text{ж}}$ – об'єм білка, який був використаний для утворення піни.

Стабільність піни (стійкість) визначається часом довільного зменшення стовпчика (або об'єму) піни вдвічі та визначається за формулою:

$$t_{1/2} = h / 2 \text{ (см/с)}$$

Або, якщо спадання піни триває довгий час, то стійкість визначити описовим способом, використовуючи слова: найбільш стійка, середньої стійкості, нестійка тощо.

Зміна піни у часі відбувається внаслідок витікання рідини із піни (синерезису) і розриву плівок.

Отримані дані занести до таблиці 5.1.

Таблиця 5.1 – Вплив технологічних чинників на піноутворювальну здатність білка та стійкість піни

№ п/п	Фактор, що досліджується	Значення фактора	Показчик	
			Кратність піни	Стабільність піни
1	Температура	2-3°C		
		15-20°C		
		30-35°C		
2	Тривалість збивання	5 хв.		
		10 хв.		
3	Концентрація ліпідів	–		
		1%		
		5%		

5.3.1.2 Яечний білок ретельно відділити від жовтка та перемішати. У два стакани об'ємом 200 см^3 помістити по 40 мл яєчного білка. Вміст першого стакана збивати протягом 2-3 хв. на низькій швидкості обертання лопатей міксеру. Після появи білої піни швидкість обертання лопатей збільшити до 180 об/хв. Коли білки збільшаться в об'ємі і перетворяться на піноподібну масу, швидкість збивання збільшити до 260-300 об/хв.

Вміст другого стаканчика збивати вище описаним способом 5 хв. Після утворення стійкої піни збивання продовжувати ще протягом 5 хв.

В усіх зразках визначити кратність утвореної піни та стійкість піни, користуючись формулами наведеними вище. Отримані дані занести до табл. 5.1.

5.3.1.3. Яєчний білок ретельно відділити від жовтка та перемішати. У три стакани об'ємом 200 см³ помістити по 40 мл яєчного білка. Перший стаканчик залишити в якості контролю, до другого та третього стаканчиків додати по 1% та 5% рослинної олії до маси білка. В усіх зразках визначити кратність утвореної піни та стійкість піни за формулами наведеними вище. Отримані дані занести до табл. 5.1.

Зробити висновок про вплив технологічних чинників на піноутворювальну здатність яєчного білка та стійкість отриманої піни

5.3.2 Дослідити вплив технологічних чинників на піноутворювальну здатність желатину

5.3.2.1. Приготувати розчин желатину. Для цього взяти наважки желатину масою 10 г. У три стакани ємністю 200 см³ внести отримані наважки желатину та до кожного стаканчика додати по 20 г води. Вміст кожного стакана залишити для набрякання на 20 хв. Після визначеного часу вміст стаканів нагріти на водяній бані до повного розчинення желатину (температура 55°C).

Після повного розчинення желатину вміст стаканів охолодити до температури 50-60°C. Перший стакан залишити в якості контролю. До другого стакана внести 0,5 % кристалічної лимонної кислоти, до третього 1% кристалічної лимонної кислоти до маси желатину й ретельно перемішати до повного розчинення кислоти.

Для кожного зразка визначити піноутворювальну здатність желатину. Для цього всі зразки помістити на водяну лазню з температурою 50 °C. Вміст кожного стакана збивати міксером протягом 2-3 хв. на низькій швидкості обертання лопатей. Після появи білої піни швидкість обертання лопатей збільшити до 180 об/ хв. Коли обсяг піни збільшиться в об'ємі, швидкість збивання збільшити до 260-300 об/хв. Збивання проводити до утворення стійкої піни. В усіх зразках визначити кратність утвореної піни. Отримані дані занести до табл. 5.2.

5.3.2.2 Приготувати розчин желатину згідно методики описаної в п 5.3.2.1. Першу склянку залишити в якості контролю. До другої склянки внести 10% цукру, до третьої 20% цукру до маси желатину та ретельно перемішати до повного розчинення цукру.

Для кожного зразка визначити кратність піни, що утворюється при збиванні, згідно вищеописаної методики. Отримані дані занести до табл. 5.2.

Зробити висновок про вплив концентрації кислоти та концентрації цукру на піноутворювальну здатність желатина.

Таблиця 2 – Вплив технологічних чинників на піноутворювальну здатність желатину

№ п/п	Фактор, що досліджується	Значення фактора	Кратність, утвореної піни
1	Концентрація кислоти: -без додавання;		
	-0,5% до маси желатину;		
	-1% до маси желатину		
2	Концентрація цукру: -без додавання;		
	-10% до маси желатину;		
	-20% до маси желатину		

5.3.3 Дослідити вплив технологічних чинників на емульгуючу здатність яєчного білка.

5.3.3.1. Яєчний білок ретельно відділити від жовтка та перемішати. У п'ять скляних стаканів ємністю 100 см³ внести 10 мл яєчного білка. Перший стакан залишити в якості контролю. До другого додати 1% 9% розчину оцтової кислоти, до третього – 1% 0,1 н. розчину їдкого натру, до четвертого – 1% повареної солі, до п'ятого – 1% цукру до маси білка. Вміст всіх стаканів ретельно перемішати.

У всіх зразках визначити емульгуючу здатність білка. Для цього до кожного стакана по краплям приливати рослинну олію, перемішуючи вміст стаканчиків міксером з низькими оборотами лопастей. Після того як маса стане густою відзначити кількість олії, що була витрачена для утворення емульсії. Дані оформити у вигляді табл. 5.3.

5.3.3.2. Визначити вплив рецептурних компонентів на стійкість емульсії.

У пробірки для центрифугування помістити по 10 см³ емульсії, отриманої згідно п. 5.3.3.1. Всі пробірки відцентрифугувати протягом 5 хв. при швидкості 1500 хв⁻¹. По закінченні пробірки занурити у киплячу воду на 3 хв. та знову відцентрифугувати протягом 5 хв.

Стійкість незруйнованої емульсії (Xс) розрахувати за формулою:

$$(X_c) = V \cdot 100 / 10,$$

де Xс – стійкість емульсії, %

V – об'єм незруйнованої емульсії, см³;

10 – об'єм емульсії, яку взяли для аналізу, см³

Отримані дані оформити у вигляді табл. 5.3.

Таблиця 5.3 – Вплив технологічних чинників на емульгуючу здатність яєчного білка

№ п/п	Показник емульгуючої здатності	Технологічний чинник					
		контроль	розчин оцтової кислоти	розчин їдкого натру	поварена сіль	цукор	жовток
1	Кількість рослинної олії, що була витрачена на утворення емульсії, мл						
2	Стійкість емульсії, %						

Поясніть пряма чи зворотна емульсія утворилась у пробірках. Поясніть отримані результати стійкості емульсії.

5.4 Висновок. Зробити висновок по роботі про вплив технологічних чинників на піноутворювальну, драглеутворювальну та емульгуючу здатність білкових речовин.

5.5 Контрольні питання

1. Що таке піноутворювальна здатність білків?
2. За якими показниками оцінюється якість піни?
3. Які фактори впливають на піноутворювальну здатність білків?
4. Як визначити піноутворювальну здатність білків?
5. У чому полягає роль білка в стабілізації емульсій?
6. Які фактори впливають на здатність білка стабілізувати емульсії?
7. У чому полягає драглеутворювальна здатність білка?
8. Які фактори впливають на здатність білка утворювати міцні драглі?
9. Назвіть приклади прямих та зворотних емульсій?

10. Наведіть приклади, де в харчових технологіях застосовують піноутворювальну здатність білків.

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

- 1 Челябієва В. М. Аналітична хімія : навчальний посібник / В. М. Челябієва, О. І. Сиза, О. Л. Гуменюк. – Чернігів, 2015. – 199 с.
- 2 Експрес-методи дослідження безпечності та якості харчових продуктів [Електронний ресурс] : навч. посібник / В. В. Євлаш, С. О. Самойленко, Н. О. Отрошко, І. А. Буряк. – Х. : ХДУХТ, 2016. – 334 с.
- 3 http://biology.univ.kiev.ua/images/stories/Upload/Kafedry/Biochimiya/biblioteka_new/Ostapchenko_HimiyaBioorg_Praktykum/Ostapchenko_HimiyaBioorg_Praktykum.pdf
- 4 Сафонова О.М. Холодова О.А. Гавриш Т.В. Теймурова А.Т. Ленерт С.О. Дослідження функціонально-технологічних властивостей білків / О.М. Сафонова, О.А. Холодова, Т.В. Гавриш, А.Т. Теймурова, С.О. Ленерт // Методичні вказівки до лабораторних занять з дисципліни «Харчова хімія» для студентів освітньо-кваліфікаційного рівня бакалавр за напрямом підготовки 6.051701 «Харчові технології та інженерія». – Х.: ХНТУСГ, 2012. – 17 с.