

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні **кафедри хімії**
Протокол № 1 від 28. серпня 2019 р.

Методичні вказівки та інструкції
до виконання лабораторних робіт з курсу

«АНАЛІЗ КОСМЕТИЧНИХ ЗАСОБІВ»

Підготувала

доцент кафедри хімії Хацевич О.М.

Івано-Франківськ,

2019

Лабораторна робота № 1

Тема: Вивчення фізико-хімічних властивостей жирів та олій

Мета роботи: визначення розчинності жирів у різних розчинниках, оцінка емульгування олій. Якісне визначення гліцерину в жирах, гідроліз жирів, омилення жирів.

Обладнання та реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- Пробірки ємністю 20 мл, спиртівка.
- Рослинна олія.
- Тваринний жир.
- Диетиловий етер.
- Ацетон.
- Етиловий спирт.
- Вода дистильована.
- Водний розчин вуглекислого натрію, 2 % мас.
- Водний розчин олеату натрію, 2 % мас.
- Жовч.

1. Порядок виконання роботи

1.1. Визначення розчинності

В штатив ставлять два ряди пробірок (по 4 в кожному). У пробірки першого ряду вносять по декілька крапель рослинної олії, а в пробірки другого ряду – по кусочку твердого жиру. У першу пробірку кожного рядку наливають 2 мл дистильованої води, у другу – стільки ж диетилового ефіру, в третю – 2 мл ацетону, в четверту – 2 мл спирту. Вміст всіх пробірок збовтують і спостерігають розчинення жирів у різних розчинниках з часом. Пробірки з спиртом рекомендується підігріти на водяній бані. Роблять висновок про розчинність жирів у різних розчинниках.

1.2. Оцінка емульгованості олії

У чотири пробірки вносять по 5 крапель жиру (олії). В першу пробірку добавляють 2 мл води, у другу- 2 мл розчину вуглекислого натрію, в третю – стільки ж розчину мила, в четверту – 2 мл води і декілька крапель жовчі. Всі пробірки струшують протягом 1 хв. Характеризують агрегатну стійкість отриманих емульсій олії у воді, визначаючи час половинного розшарування.

Отримані результати записують у таблицю (табл. 1.1) і проводять їх аналіз.

Експериментальні дані визначення властивостей ліпідів

№	Олія (жир) – розчинник	Розчинність	Склад емульсії	Час половинного розшарування

1.3. Вивчення хімічних властивостей жирів

Обладнання та реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- Пробірка ємністю 20 мл.
- Колба круглодонна з повітряним холодильником.
- Циліндр скляний ємністю 25 мл.
- Штатив.
- Водяна баня.
- Рослинна олія або тваринний жир.
- Віск бджолиний.
- Калій гідрогенсульфат або натрій, кваліфікація «х.ч.».
- Борна кислота, кваліфікація «ч.»
- Водний розчин гідроксиду натрію, 30%-вий.
- Водний розчин хлоридної кислоти, 15 %-вий.
- Водний розчин хлориду кальцію, 10 %-вий.

Порядок виконання роботи

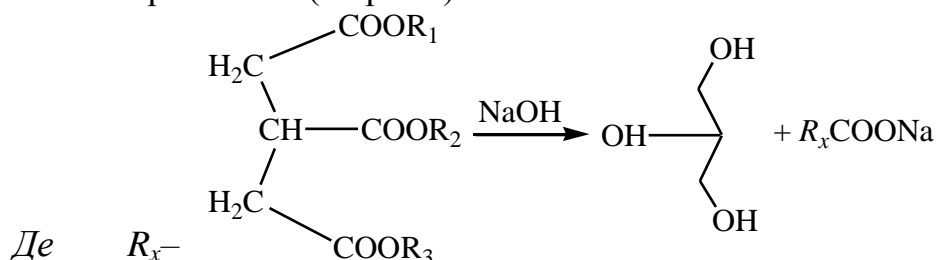
1.3.1. Акролеїнова реакція

З допомогою проби на акролеїн визначають наявність гліцерину в жирах. При нагріванні жиру з калій гідросульфатом (KHSO_4), або натрій гідросульфатом (NaHSO_4) або борною кислотою (H_3BO_3), від молекули гліцерину відщепляється 2 молекули води і утворюється акролеїн, який має різкий запах пригорілого сала.

В суху пробірку вносять декілька крапель рослинної олії або кусочок тваринного жиру, додають декілька кристалів калій гідроген сульфату (чи натрію) або борної кислоти і обережно підігрівають. Спостерігають появу білих парів акролеїну, які володіють різким запахом. Повторюють реакцію з воском – акролеїн не утворюється, так як гліцерил не входить до складу восків.

1.3.2. Омилення жирів

При взаємодії жирів з лугами відбувається їх гідроліз і утворення гліцерину і солей карбонових (жирних) кислот.



Натрієві солі жирних кислот - тверді речовини, а калійні – рідкі.

В колбу вносять 0,5 мл рослинної олії або $\approx 0,5$ г тваринного жиру і добавляють 10 мл спиртового розчину КОН. Пробірку закривають повітряним холодильником і нагрівають на киплячій водяній бані протягом 30 хв, після чого в пробірку обережно добавляють гарячу воду і розчиняють мило, що утворилось.

1.3.3. Вивчення властивостей калійного мила

До 5 мл отриманого розчину мила добавляють 1-2 мл HCl. При взаємодії сильної кислоти з милами утворюються нерозчинні у воді жирні кислоти, які спливають на поверхню рідини.

До 2 мл отриманого розчину мила добавляють 1 мл розчину кальцій хлориду і спостерігають випадання із розчину осаду нерозчинного у воді стеарату кальцію. На практиці, в присутності солей твердості, при використанні натрієвих мил спостерігається утворення твердих частинок (пластівців кальцієвих і магнієвих мил), осаджуваних на поверхні технологічного обладнання і відмивної поверхні.

Висновки:

Контрольні запитання

1. Перерахуйте основні властивості олій і жирів. У чому полягає функціональне значення олій та жирів у косметиці?
2. Яким чином можна виявити особливості розчинення жирів?
3. Поясніть хімізм процес емульгування жирів. У чому його особливість і значення у тваринному організмі.
4. У чому полягає процес омилення жирів і яке його значення в технологічних процесах?
5. Наведіть приклади косметичного засобу, отриманого шляхом омилення.

Лабораторна робота № 2

Тема: Визначення хімічного складу жирів

Мета роботи: ознайомлення з якісними реакціями на ненасичені жирні кислоти, лецитин, холестерин і стерини.

Обладнання та реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- Водяна баня.
- Пробірка скляна.
- Колба конічна ємністю 100 мл.
- Воронка.
- Фільтр паперовий.
- Холестерин.
- Рослинне масло, масло яєчне.
- Диетиловий ефір.
- Хлороформ.
- Вода бромна.
- Спирт етиловий, ректифікат.
- Оцтовий ангідрид.
- Кислота сірчана, концентрована.
- Суміш розчину сірчаної кислоти (концентрованої) з формаліном (50:1).

1. Порядок виконання роботи

1.1. Якісна реакція на ненасичені жирні кислоти

Ненасичені жирні кислоти приєднують галогени за місцем подвійного зв'язку. Дану реакцію проводять з бромною водою. (Дослід проводять під витяжкою).

В пробірку наливають 1 мл олії, 2 мл диетилового ефіру або хлороформу, додають 2 краплі бромної води і збовтують. Буро-жовтий колір бромної води зникає, що вказує на присутність ненасичених кислот.

1.2. Виявлення лецитину

До невеликої кількості яєчного масла (0,1-0,2 мл) в конічній колбі доливають 15 мл гарячого спирту (45-50 °С), добре перемішують і розчин фільтрують. В пробірку наливають 2-3 мл ацетону і декілька крапель прозорого фільтрату. З'являється помутніння внаслідок нерозчинності лецитину в ацетоні.

1.3. Виявлення холестерину

В пробірку вносять 5 крапель розчину холестерину в хлороформі, додають 2 краплі оцтового ангідриду, 1 краплю концентрованої сірчаної кислоти і струшують. Розчин набуває червоно-фіолетового кольору, який переходить в зелений. Реакція обумовлена утворенням із холестерину ненасичених вуглеводнів з сполученими

двійними зв'язками, які нейтралізують різні забарвлення похідних з сірчаною кислотою і оцтовим ангідридом.

1.4. Виявлення стеаринів (реакція Вітта)

В суху пробірку наливають 1 мл хлороформу, додають 2-3 краплі рослинної олії та струшують для розчинення жиру. До отриманого розчину додають 20 крапель суміші сірчаної кислоти з формаліном (50:1) і струшують. Хлороформний шар забарвлюється у яскравий вишневий колір, а кислотний – в темний червоно-коричневий із зеленою флуоресценцією. Із хлороформного шару відбирають декілька крапель, переносять в іншу, суху пробірку і додають 2 краплі оцтового ангідриду. Поява синьо-зеленого забарвлення вказує на наявність стеаринів у олії.

Висновки:

Контрольні запитання

1. Наведіть приклади складних ліпідів.
2. В чому полягає функціональне значення складних ліпідів у складі косметичних засобів?
3. Наведіть приклади неомилених речовин. В чому полягає біологічне значення стероїдних сполук?
4. Наведіть приклади восків. Якими фізико-хімічними параметрами вони можуть бути охарактеризовані?
5. Яке функціональне значення восків у косметичних засобах?

Лабораторна робота № 3

Тема: Встановлення кількісних показників жирів

Мета роботи: ознайомлення з методиками визначенні загального вмісту жирів, кислотного, ефірного, йодного чисел і числа омилення жиру.

Обладнання та реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- Фотоелектроколориметр.
- Ваги технічні з точністю до 0,01 г.
- Колба із зворотнім холодильником.
- Водяна баня.
- Пробірки, стакани хімічні.
- Бюретка.
- Водний розчин хлористого натрію, 0,9 %-вий (фізіологічний розчин).
- Сірчана кислота концентрована.
- Водний розчин соляної кислоти, 0,5 н.
- Водний розчин гідроксиду калію, 0,1 або 0,5 н.
- Суміш діетилового ефіру і спирту(1:1).
- Спиртовий розчин йоду, 0,2 н.
- Водний розчин тіосульфату натрію, 0,1 н.
- Розчин фенолфталеїну.
- Крохмаль, водний розчин 1 %-вий.
- Спирт етиловий або хлороформ.

1. Порядок виконання роботи

1.1. Визначення загального вмісту жирів

У пробірку вносять 0,1 мл косметичного крему (або інше джерело жирів), 0,9 мл розчину хлористого натрію і перемішують. Відбирають 0,1 мл розбавленої проби і переносять в іншу пробірку, додають 1 мл концентрованої сірчаної кислоти, перемішують і ставлять на 20 хв у киплячу водяну баню. Потім охолоджують пробу і додають 2 мл кольорового реактиву (4 % розчин п-диметилбензальдегіду в 30 % р-н H_3PO_4). Забарвлений розчин фотометрують ($\lambda = 540$ нм), використовуючи як стандарт контрольний розчин (без жирів).

Вміст жирів у пробі розраховують за калібрувальним графіком, з нейтральним жиром.

1.2. Визначення кислотного числа жиру

Кислотним числом називається кількість міліграмів КОН, необхідну для нейтралізації вільних жирних кислот, які містяться в 1 г олії (жиру).

В колбу поміщають 3-5 г рослинної олії, розчиняють у 10-15 мл суміші спирту і ефіру. Додають 2-3 краплі розчину фенолфталеїну і титрують 0,1 н розчином КОН до слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 0,5 хв. Дослід проводять 2 рази і потім знаходять середнє значення кислотного числа (КЧ) за формулою:

$$\text{КЧ} = (5,6V)/m,$$

Де V – кількість 0,1 н розчину КОН, що пішло на титрування; m – наважка олії; 5,6 – коефіцієнт для перерахунку (1 мл 0,1 н розчину КОН містить 5,6 мг КОН).

1.3. Визначення числа омилення і ефірного числа

Числом омилення називається кількість міліграмів КОН, що необхідна для нейтралізації всіх жирних кислот (як вільних, так і тих, що входять до складу тригліцеридів) які містяться в 1 г жиру.

Ефірним числом (ЄЧ) називається кількість міліграмів КОН, що необхідна для нейтралізації жирних кислот, які відщеплюються при омиленні тригліцеридів, що містяться в 1 г жиру.

В колбу вміщують 1 г олії, доливають 20 мл спиртового розчину КОН, з'єднують із зворотнім холодильником і ставлять на кип'ячу водяну баню на 45-50 хв. Потім колбу відділяють від холодильника, охолоджують, додають 3 краплі розчину фенолфталеїну, 10 мл води і титрують із бюретки 0,5 н розчином НСІ до зникнення забарвлення. Теж саме проробляють з контрольною пробєю, в якій олію замінено на 1 мл води. За різницею результатів титрування розчинів контрольної і дослідної проб розраховують число омилення (ЧО):

$$\text{ЧО} = [(V_1 - V_2) \cdot 28] / m,$$

де V_1 - кількість 0,5 н розчину НСІ, використаного на титрування контрольної проби; V_2 – об'єм титранту для досліджуваної проби; m – наважка олії, 28 – кількість КОН, мг, які містяться у 1 мл 0,5 н розчину.

1.4. **Ефірне число жиру** розраховується шляхом віднімання від числа омилення величини кислотного числа:

$$ЕЧ = ЧО - КЧ$$

1.5. Визначення йодного числа

Йодним числом називається кількість грамів йоду, що зв'язує 100 г жиру. Йодне число характеризує ненасиченість жирів (залишків вищих жирних кислот). Концентрація йоду в досліджуваній пробі визначається титруванням тіосульфатом натрію.

В одну конічну колбу вміщують точну наважку ($\approx 0,1$ г) рослинної олії (дослід), в іншу – 0,1 мл води (контроль). Потім в дві колби додають по 10 мл спирту або хлороформу, по 10 мл спиртового розчину йоду, закривають пробкою, ретельно перемішую і через 10 хв добавляю 0,5 мл розчину крохмалю і титрую непрореагований йод 0,1 н розчином тіосульфату натрію до зникнення синього забарвлення. По різниці між контрольним і дослідним титруванням розраховують йодне число (ЙЧ):

$$ЙЧ = [(V_1 - V_2) * 0,0127 * 100] / m$$

Де V_1 - кількість тіосульфату натрію, мл, який витрачено на титрування контрольної проби; V_2 – те саме для дослідної проби; $0,0127$ – титр тіосульфату натрію за йодом; m – наважка, г.

Висновки:

Контрольні запитання

1. Як відрізнити насичену кислоту від ненасиченої?
2. Наведіть приклади визначення жирних кислот у жирах і оліях.
3. Чи можна за допомогою акролеїнової проби відрізнити жири від олій?
4. Які якісні реакції проводять для виявлення кетонівих сполук?
5. Які константи жирів визначають для їх характеристики?
6. Розшифруйте поняття: «число омилення», «кислотне число», «ефірне число», «йодне число» жирів.

Лабораторна робота № 4

Тема: Аналіз жирно-кислотного складу олій

Мета роботи: ознайомлення з методами кількісного визначення карбонових кислот і встановлення їх фракційного складу.

Таблиця 2

Жирно-кислотний склад ліпідів

Кислота	Довжина ланцюга, ступінь ненасиченості
Лауринова	12:0
Міристинова	14:0
Пальмітинова	16:0
Стеаринова	18:0
Олеїнова	18:1 (9-цис)
Лінолева	18:2 (9-цис,12-цис)
α-Ліноленова	18:3 (9-цис,12-цис, 15-цис)
γ-Ліноленова	18:3 (6-цис,9-цис, 12-цис)
Арахісова	20:0
Арахідонова	20:4 (5-цис,8-цис, 11-цис, 14-цис)

Тригліцериди (гліцериди) – похідні гліцерину і карбонової кислоти. В маслах і жирах основна маса гліцеридів представлена тригліцеридами, які розрізняються за фракційним складом жирних кислот (табл. 2 і 3).

В складі олій і жирів можуть бути моно- і дигліцериди, вільні жирні кислоти, каротиноїди, токоферолі, фітостерини та інші сполуки.

Таблиця 3

Олії і жири: жирно-кислотний склад

Олія (жир)	Жирно-кислотний склад, %				Властивості
	C ₁₂ -C ₁₄	C ₁₆ -C ₁₈	Моно-ненасичені	Полі-ненасичені	
Авокадо		6-18	36-80	20-40	Володіє антиоксидантними і регенеруючими властивостями
Кунжутна		13-17	37-42	39-47	Виявляє відновлювальну і зволожуючу дії
Касторова			3-4	3-4	Стимулює ріст волосся, кондиціонує їх
Какао	56-60		44-48	1-5	Виявляє пом'якшувальну і захисну дії
Кокосова	54-77	1-4	4-11	1-2	Виявляє пом'якшувальну і зволожувальну дії
Кукурудзяна		15-17	29-37	46-56	Добре відновлює шкіру, регулює її проникність
Вівсяна	3-6		20-22	70-74	Утворює хорошу зволожувальну плівку. Швидко окиснюється.

Мигдальна	6-8	60-82	7-28	Стійкий до окиснення. Містить значну кількість антиоксидантів та ситостеарину.
Оливкова	10-19	60-84	1-15	Добре відновлює і зволожує шкіру. Широке використання в косметичці «anti-age».
Пальмова	47-52	38-42	9-11	Містить значну кількість каротиноїдів.
Бавовняна	15-22	30-38	40-50	Легко окиснюється. Володіє відновлювальною дією
Ши	38-54	40-55	3-8	Сильні антиоксидантні та регенеруюча дії.
Норковий жир	15-20	65-70		Володіє високими зволожувальними і пом'якшувальними властивостями.
Курячий жир	25-30	35-45	15-20	Нормалізує жировий обмін, добре вбирається, не залишає жирної плівки.

Обладнання та реактиви

Для проведення роботи необхідно:

- Фотоелектроколориметр.
- Центрифуга лабораторна.
- Камера для тонкошарової хроматографії (ТШХ).
- Йодна камера (в склянку з притертою кришкою вносять кристали йоду).
- Пластинки для ТШХ (силікагель або алюмінію оксид).
- Масло рослинне.
- Розчин диетилдитіокарбамат натрію в *n*- бутанолі, %.
- Фосфатний буфер(pH 6,0), 0,1 М.
- Стандартні розчини жирних кислот (олеїнова, лінолева, пальмітинова) у хлороформі, 0,01 %-вий.
- Суміш петролейного ефіру, диетилового ефіру і льодяної оцтової кислоти в співвідношенні 82:18:1.

1. Порядок виконання роботи

1.1. Кількісне визначення карбонових кислот

Для приготування мідного реактиву змішують водні розчини: 13% -вий розчин купрум нітрату – 10 мл, 1 М розчин триетаноламіну мл 1 н розчину оцтової кислоти – 1 мл.

В три пробірки з притертими корками вносять: в першу (дослід) – 0,5 мл матеріалу, який містить жирні кислоти (наприклад, олія) і 5 мл хлороформу; у другу (стандарт) – 1 мл розчину пальмітинової кислоти в хлороформі і 4,5 мл хлороформу; в третю (контроль) – 5,5 мл хлороформу. Потім у всі пробірки додають по 2,5 мл мідного реактиву, пробірки закривають пробками і струшують на протязі 2-3 хв. Потім вміст пробірок центрифугують при 3000 об/хв. протягом 15 хв. Суміш в пробірках розшаровується на 3 шари: хлороформ, білок, вода. Верхню водну фазу, яка містить надлишок мідного реактив, відбирають шприцом, білкову плівку відсувають на стінку пробірки, а хлороформний шар, який містить жирні кислоти, переносять у сухі пронумеровані пробірки. В кожену пробірку добавляють по 0,5 мл 0,1 %-вого

розчину діетилдитіокарбамату натрію у бутанолі та перемішують. Визначають оптичну густину отриманих проб у кюветах товщиною 5 мм проти контрольної проби. Вміст вільних жирних кислот (X , в мг-екв/мл) розраховують за формулою:

$$X = (D_x * 2) / D_r,$$

Де D_x і D_r - оптична густина для досліджуваної і контрольної проб відповідно.

1.2. Тонкошарова хроматографія вільних жирних кислот

0,2 г рослинного масла вносять в пробірку, додають 5 мл хлороформу, 1 мл фосфатного буферу. Пробірку струшують протягом 10 хв. Відділяють хлороформний шар центрифугою протягом 3-5 хв при 3000 об/хв. На пластинку з силікагелем, відступивши від нижнього краю 2 см наносять 0,2-0,5 мл хлороформного екстракту смужкою довжиною 2 см і, відступивши 1 см, наносять по 0,2 мл стандартних розчинів жирних кислот. Потім пластинки поміщають в камеру з розчинником, занурюючи нижній край пластинки на 0,5 см. Коли розчинник дійде до верхнього краю пластинки, її виймають, сушать і поміщають в камеру з парами йоду на 20 хвилин. Ненасичені жирні кислоти забарвлюються в темно-коричневий колір на жовтому або білому фоні. Насичені жирні кислоти слабо забарвлюються парами йоду, причому на повітрі коричневі плями знебарвлюються через декілька хвилин, тому проявлені ділянки жирних кислот обводять олівцем.

Висновки:

Контрольні запитання

1. Як кількісно визначити загальний вміст жирів у біологічному матеріалі?
2. Яким чином можна кількісно визначити вільні жирні кислоти?
3. Вкажіть і опишіть спосіб визначення жирно-кислотного складу ліпідів?
4. Які фактори визначають розтікання і вбирання масел на поверхні шкіри?
5. Наведіть приклади насичених і ненасичених вільних жирних кислот (пальмітинової, стеаринової, олеїнової).

Лабораторна робота № 5

Тема: Визначення наявності вітамінів у косметичних засобах.

Якісні реакції на вітаміни.

Мета роботи: Поглибити знання про значення для життєдіяльності організму людини жиророзчинних і водорозчинних вітамінів та їх значення, роль у косметичних засобах; вивчити якісні реакції визначення наявності вітамінів у досліджуваних пробах.

1. Теоретичні основи

Вітаміни (з лат. *vita* – життя) є органічними речовинами, що мають велику біологічну активність. Вітаміни – низькомолекулярні речовини органічного походження різної хімічної природи, які утворюються у тваринних і рослинних організмах у дуже малій кількості.

Вітаміни – «аміни життя», бо перші відкриті представники мали у своєму складі аміногрупу. Вітаміни – найважливіший клас незамінних харчових речовин. На відміну від інших незамінних чинників харчування (незамінні амінокислоти, ненасичені жирні кислоти), вітаміни не є пластичним матеріалом або джерелом енергії, але беруть участь у всіх життєвих процесах організму, вони стимулюють обмін речовин, регулюють окремі біохімічні та фізіологічні процеси. Вітаміни забезпечують високу працездатність організму і опірність різним захворюванням. Для нормальної життєдіяльності людини вітаміни необхідні в невеликих кількостях (від декількох мкг до декількох мг), але організм сам неспроможний синтезувати вітаміни в потрібній кількості, тому вони повинні потрапляти з їжею як обов'язковий компонент, а також бути присутніми у косметичних засобах.

В основу класифікації вітамінів покладений принцип розчинності їх у воді та жирах, у зв'язку з чим вони діляться на дві великі групи – водорозчинні і жиророзчинні.

Водорозчинні вітаміни – група органічних сполук різної структури, які розчиняються у воді, сюди належать вітаміни групи В – В1 (тіамін), В2 (рибофлавін), В3 (пантотенова кислота), В6 (піридоксаль), В7 (фолієва кислота), В12 (кобаламін); також до цієї групи належать вітаміни РР (нікотинова кислота та нікотинамід), С (аскорбінова кислота), Н (біотин). Жиророзчинні вітаміни – група органічних сполук, що містять ізопренові одиниці і мають ліпофільну природу. Серед них виділяють вітаміни А (ретинол, ретиналь, ретиноева кислота), D (кальциферол), Е (токоферол), К (філо- та менахінон). Вітаміноподібні сполуки – до них належать вітаміни групи F (незамінні жирні кислоти), а також вітаміни Q (убіхінон), Р (рутин) та U (метилметіонін).

Вітаміни можуть накопичуватися у тканинах організму, а також синтезуватися із сполук, близьких до них за будовою. Так, наприклад, кальциферол утворюється у шкірі із ліпідів організму під дією сонячних променів або світла кварцової лампи; філохінони – в кишечнику під дією деяких мікроорганізмів; ретинол – із β-каротину і каротиноїдів, які надходять з їжею чи наносяться на поверхню шкіри косметичними засобами.

2. Порядок виконання роботи

Обладнання і реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- предметне скло
- крапельниця;
- розчин риб'ячого жиру в хлороформі;
- концентрована сульфатна кислота.

2.1. Якісна реакція на вітамін А (реакція з сульфатною кислотою).

Сульфатна кислота, маючи водовіднімаючі властивості, сприяє перетворенню вітаміну А в забарвлений комплекс фіолетово-червоного кольору.

На сухе предметне скло наносять дві краплі риб'ячого жиру в хлороформі та одну краплю концентрованої сульфатної кислоти. Записати структурну формулу молекули вітаміну. Які функціональні групи та хімічні зв'язки характерні для ретинолу?

Перевірити наявність вітаміну у відібраних зразках косметичного крему.

Обладнання і реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- пробірки;
- піпетки;
- риб'ячий жир;
- хлороформ;
- аніліновий реактив (15 частин аніліну і 1 частина концентрованої хлоридної кислоти).

2.2. Якісна реакція на вітамін D (анілінова проба).

У сухій пробірці змішують 1 краплю риб'ячого жиру з 0,5 мл хлороформу, потім додають при перемішуванні 1 краплю анілінового реактиву. Утворюється емульсія жовтого кольору, яка під час нагрівання набуває червоного кольору. Записати структурну формулу вітаміну. Які функціональні групи та хімічні зв'язки характерні для молекул вітаміну D?

2.2.1. Реакція з бромом. В суху пробірку вносять 5 крапель риб'ячого жиру або розчину вітаміну D в олії, додають 5 крапель розчину бром у хлороформі і перемішують. Суміш в пробірці поступово забарвлюється в зелено – голубий колір

Перевірити наявність вітаміну D у зразку косметичного крему.

Обладнання і реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- пробірки
- конц. нітратна кислота
- токоферол

2.3. Якісна реакція на вітамін Е (з нітратною кислотою).

У пробірку вносять 5 крапель 0,1 %-го спиртового розчину токоферолу (вітамін Е), додають 10 крапель концентрованої нітратної кислоти і струшують. Утворюється емульсія, яка поступово забарвлюється в червоний колір. Реакція зумовлена окисненням токоферолу до продукту хіноїдної структури. Записати структурну формулу вітаміну. Які функціональні групи та хімічні зв'язки характерні для молекул вітаміну Е?

Перевірити наявність вітаміну Е у зразку косметичного крему, оливковій олії.

Обладнання і реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- пробірки
- 0,05 % розчин вікасолу (вітаміну К);
- 0,025 % розчину цистеїну;
- 10 % розчин натрій гідроксиду

2.4. Якісна реакція на вітамін К (з лужним розчином цистеїну).

У пробірку наливають 5 крапель вікасолу, 5 крапель розчину цистеїну і 5 мл 10 % розчину натрій гідроксиду. З'являється лимонно-жовтий колір. Записати структурну формулу вітаміну, рівняння реакції, що відбувається.

Обладнання і реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- пробірки
- 5 % розчин тіаміну (вітамін В₁),
- 5 % розчин калій гексаціаноферату (II).

2.5. Якісна реакція на вітамін В₁.

У лужному середовищі тіамін з калій гексаціанофератом (II) під час нагрівання забарвлюється в жовтий колір, у результаті окиснення тіаміну (В₁) в тіохром.

У пробірку вносять 2-3 краплі 5 % розчину тіаміну, додають 2-3 краплі 5 % розчину калій гексаціаноферату (II), нагрівають. Вміст пробірки забарвлюється в жовтий колір. Записати рівняння реакції.

Обладнання і реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- термостат; крапельниці;
- пробірки
- 1 % розчин аскорбінової кислоти;
- 10 % розчини натрій гідроксиду і хлоридної кислоти;
- 1% розчин ферум (III) хлориду;
- 0,01 % розчин метиленової сині.

2.6. Якісні реакції на вітамін С.

Вітамін С легко вступає в окисно-відновні реакції і відновлює такі сполуки, як метиленова синь, калій гексаціаноферат (II), аргентум нітрат.

2.6.1. Реакція з калієм гексаціанофератом. У пробірку вносять 5 крапель 1% розчину вітаміну С, 1 краплю 10 % розчину натрій гідроксиду, 1 краплю 5 % розчину калій гексаціаноферату (II) і одну краплю 1 % розчину ферум (III) хлориду. Перемішують і додають 3 краплі 10 % розчину хлоридної кислоти. При цьому спостерігається зміна кольору, випадає синій осад берлінської блакиті.

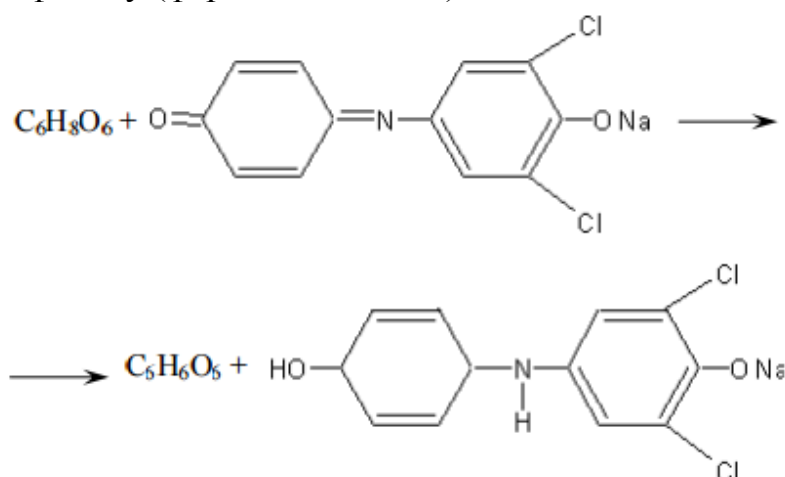
2.6.2. Реакція з метиленовою синькою. До 1 мл розчину вітаміну С додають 1 мл метиленової сині. Пробірку ставлять в термостат за температури 37-40 °С. Через деякий час відбувається знебарвлення рідини. Записати структурну формулу вітаміну. Які функціональні групи та хімічні зв'язки характерні для молекули вітаміну С?

2.7. Кількісне визначення вітаміну С в косметичних кремах

Аналіз літературних даних показав, що для визначення вмісту вітаміну С в косметичних кремах відсутня стандартна методика. У зв'язку з цим за основу нами була прийнята методика визначення вітаміну С в харчових продуктах, розроблена в дисертації [9], за ГОСТу 24566-89 «Продукти переробки плодів та овочів». Методи визначення вітаміну С», а також в вітамінних препаратах, хвої.

В основу методу кількісного визначення аскорбінової кислоти покладено її відновні властивості.

Найбільш прийнятною виявилася реакція відновлення натрієвої солі 2,6-дихлорфеноліндофенолу (фарби Тильманса):



Обладнання та реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- піпетки,
- бюретки,
- колби конічні,
- фільтрувальний папір
- крем
- дистильована вода
- екстрагуючий розчин соляної 2% та метафосфорної кислоти 6%,
- розчин 2,6-дихлорфеноліндофенолят натрію 0,1 мг/см³,
- ацетатний буферний розчин, розчин формальдегіду.

Наважку крему 10 г залити 40 см³ дистильованої води, ретельно перемішати до утворення однорідної емульсії, після чого додати 10 см³ екстрагуючого розчину. Емульсія має відстоюватися протягом 30-40 хвилин при кімнатній температурі для завершення процесу розшарування, потім треба відокремити, жирову фазу фільтрувати за допомогою паперового фільтру. Від водної фази брали аліквоту 10 см³ розчину і титрували розчином 2,6 - дихлорфеноліндофеноляту натрію до появи стійкого слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 20 секунд.

За результат титрування приймають середнє арифметичне значення результатів двох титрувань одного екстракту. При повторному титруванні в області передбачуваної точки еквівалентності розчин 2,6-дихлорфеноліндофеноляту натрію додають по 1 -2 краплі.

Одночасно проводять контрольне випробування. Для цього в колбу поміщають такий же об'єм екстракту, додають рівний йому об'єм ацетатного буферного розчину, розчин формальдегіду в об'ємі, рівному половині об'єму буферного розчину, перемішують і витримують протягом 10 хв., закривши попередньо колбу пробкою. Потім вміст титрують розчином 2,6-дихлорфеноліндофеноляту натрію.

Масову частку вітаміну С визначали за формулою:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot V_3 \cdot 100}{V_4 \cdot m},$$

де X – масова частка вітаміну С, %;

V_1 – об'єм розчину 2,6- дихлорфеноліндофеноляту натрію, який було витрачено на титрування проби, см³,

V_2 – об'єм розчину 2,6- дихлорфеноліндофеноляту натрію, який було витрачено на контрольне випробування, см³;

T – титр розчину 2,6- дихлорфеноліндофеноляту натрію, мг/см³;

V_3 – об'єм екстракту, отриманий під час екстрагування вітаміну С з наважки крему, см³;

V_4 – об'єм екстракту, який було використано для титрування, см³;

m – маса наважки крему, г.

Розрахунки проводять до чотирьох значущих цифр, результат заокруглюють до трьох цифр.

Висновки:

Контрольні запитання

1. Загальна характеристика вітамінів.
2. Класифікація вітамінів.
3. Будова і властивості вітамінів.
4. Описати хімічні властивості вітамінів (С, Е).
5. Фізіологічне значення вітамінів у організмі людини.
6. Якими якісними реакціями можна виявити жиророзчинні вітаміни?

Лабораторна робота №6

Тема: Аналіз важких металів у косметичних кремах

Мета роботи: Підібрати якісні реакції на важкі метали. Проаналізувати наявність важких металів у зразках косметичних кремах.

Обладнання і реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- розчин соляної кислоти (1:1),
- вода дистильована,
- фільтр беззольний,
- термостійкий стакан,
- піпетка,
- мірна колба,
- циліндр мірний.

1. Порядок виконання роботи

1.1 Підготовка проби для визначення важких металів

Підготовку проби для аналізу проводять наступним чином. Наважку крему, що піддають аналізу, вагою 2 г поміщають в стакан на 100 мл, додають 25 мл соляної кислоти і нагрівають до появи розшарування. Після охолодження відфільтровують на беззольному фільтрі або відділяють через ділільну лійку органічний шар. Осад промивають 2 рази по 15 мл дистильованою водою. Фільтрат поміщають в колбу на 100 мл і доводять до мітки дистильованою водою. Потім беруть аліквотну частину (50 мл) для визначення металів у мірний циліндр.

Вміст металу розраховують за формулою:

$$X=C/5000 \cdot m$$

C - концентрація розчину реагенту знайдена за графіком;

m - маса наважки крему.

1.2 Визначення вмісту купруму (Cu^{2+})

Обладнання і реактиви:

Для проведення роботи необхідно:

- водний розчин амоніаку 25 %;
- 0.1 н водний розчин диетилдитіокарбамату натрію,
- 50 % водний розчин натрій-калій виннокислового,
- 0,25 % р-н крохмалю,

- стандартний розчин купрум сульфату (10 мл Cu^{2+} /л),
- піпетки,
- фотоелектроколориметр,
- циліндр,
- мішалка магнітна.

При взаємодії диетилдитіокарбамату натрію з йонами купруму утворюється сполука жовто-коричневого забарвлення.

В мірні колби ємкістю на 100 мл з стандартного розчину шляхом розбавлення готують серію калібрувальних розчинів з конц. йонів купруму від 0,1 до 1,5 мг/л. За допомогою мірного циліндра ємкістю 100 мл відбирають 50 мл кожного з калібрувального розчину купруму сульфату, додають 1 мг сегнетової солі, 5 мл р-ну амоніаку, 1 мл крохмалю, 5 мл натрій диетилдитіокарбамату і перемішують. Через 10 хв. вимірюють оптичну густину по відношенню до дистильованої води, використовуючи синій світлофільтр і кювету 30 мм. За отриманими даними малюють калібрувальний графік.

В мірний циліндр ємкістю 100 мл відбирають 50 мл кислотної витяжки з косметичного крему, нейтралізують розчином амоніаку за універсальним індикатором, додають 1 мл сегнетової солі, 5 мл розчину амоніаку, 1 мл розчину крохмалю, 5 мл розчину диетилдитіокарбамату натрію і перемішують. Через 10 хв вимірюють оптичну густину в тих умовах, що і для стандартних розчинів. За допомогою калібрувального графіку знаходять вміст Cu (в мг/л).

1.3 Виявлення феруму (Fe^{3+})

Реактиви та обладнання:

Для проведення роботи необхідно

- 20 % р-н калій роданіду,
- хлоридна кислота розбавлена (1:1),
- стандартний розчин залізо-амонійних галунів (10 мг Fe/л),
- вода дистильована,
- піпетки,
- фотоелектроколориметр,
- мішалка магнітна.

В мірні колби ємністю 100 мл з стандартного розчину шляхом розбавлення готують серію калібрувальних розчинів з конц. феруму від 0,1 до 3 мг/л. За допомогою мірного циліндра відбирають 50 мл кожного калібрувального розчину залізо-амонійних галунів, додають 1 мл розчину соляної кислоти і 5 мл калій роданіду. Перемішують і через 2 хв. вимірюють оптичну густину по відношенню до дистильованої води, використовуючи синій світлофільтр і кювету 30 мм. За отриманими даними будують калібрувальний графік.

В мірний циліндр об'ємом 100 мл відбирають 50 мл кислотної витяжки з крему, додають 1 мл розчину хлоридної кислоти і 5 мл калій роданіду. Перемішують і через 2 хв вимірюють оптичну густину в тих умовах, що і для стандартного розчину. За калібрувальним графіком знаходять вміст феруму (в мг/л).

1.4. Виялення хрому (Cr^{3+})

Реактиви і обладнання:

Для проведення роботи необхідно

- дифенілкарбазид 0,5 % р-н в ацетоні,
- 66 н р-н сірчаної кислоти, дистильована вода,
- 0,1% р-н амоній персульфат або калій персульфат,
- стандартний розчин калій дихромату (2 мг/л),
- 0,1 н NaOH,
- універсальний індикатор,
- піпетка,
- колби конічні,
- фотоелектроколориметр,
- мірні колби.

В мірні колби ємкістю 100 мл з стандартного розчину шляхом розбавлення готують серію калібрувальних розчинів з конц. хрому від 0,02 до 1 мг/л.

Відбирають піпеткою 50 мл кожного стандартного розчину, переносять в конічну колбу на 100 мл, додають 0,3 мл сірчаної кислоти і 10 мл персульфату амонію або калію. Після охолодження розчин переносять в мірний циліндр на 100 мл, додають 2 мл дифенілкарбазиду і через 5 хв. вимірюють оптичну густину по відношенню до дистильованої води. Використовують кювету товщиною 10 мм і зелений світлофільтр. За отриманими даними будують графік.

В конічну колбу ємкістю 100 мл піпеткою відбирають 50 мл кислотної витяжки з крему, додають NaOH до рН=6-7. Приливають 0,3 мл розчину сірчаної кислоти і 10 мл персульфату амонію. Суміш кип'яють 15-20 хв. Після охолодження суміш переносять в циліндр на 100 мл, додають 2 мл дифенілкарбазиду і перемішують. Через 5 хв. вимірюють оптичну густину в тих умовах що і для стандартних розчинів. За допомогою калібрувального графіку знаходять вміст хрому. Чутливість методу 0,1 мг/дм³.

1.5. Визначення нікелю (Ni^{2+})

Реактиви і обладнання:

Для проведення роботи необхідно

- диметилгліоксим 1 % розчин у етанолі,
- 3 % р-н калій персульфату,
- 5 % водний р-н амоніаку,
- 20 % р-н сегнетової солі (натрій виннокислий),
- стандартний розчин нікель сульфату (100 мг/дм^3),
- дистильована вода,
- спирт етиловий,
- універсальний індикатор,
- піпетка,
- колба конічна,
- фотоелектроколориметр,
- циліндр,
- мішалка
- мірні колби.

В мірні колби ємкістю 100 мл з стандартного розчину шляхом розбавлення готують серію калібрувальних розчинів з концентрацією йонів нікелю від 0,02 до 2 мг/дм³.

В мірний циліндр (колбу) ємкістю 100 мл відбирають по 50 мл стандартного розчину сульфату нікеля і додають 5 мл сегнетової солі, 5 мл персульфату калію, 2 мл диметилгліоксима і 5 мл амоніаку. Суміш перемішують і через 10 хв. вимірюють оптичну густину по відношенню до дистильованої води. Використовують кювету 30 мм і синій світлофільтр. За експериментальними даними будують калібрувальний графік.

В мірний циліндр ємкістю 100 мл відбирають 50 мл кислотної витяжки з косметичного крему і нейтралізують розчином амоніаку за універсальним індикаторним папером. Додають 5 мл сегнетової солі, 5 мл калій персульфату, 2 мл диметилгліоксиму і 2 мл амоніаку. Суміш перемішують і через 10 хв. вимірюють оптичну густину за тих умов, що і для стандартних розчинів. Будують калібрувальний графік і знаходять вміст йонів нікелю.

Чутливість методу — $0,1 \text{ мг/дм}^3$.

Висновки:

Контрольні запитання

1. Які фізико-хімічні методи можуть бути використані для кількісного визначення металів у косметичних композиціях?
2. Які фізико-хімічні методи можуть бути використані для аналізу неметалів у косметичних композиціях?
3. У чому полягає суть методу визначення елементів атомно-адсорбційним спектрометром?
4. Як можна забезпечити необхідний рівень дозування мікроелементів у композиції та її стабілізацію в часі?
5. Які існують способи забезпечення трансдермального транспортування мікроелементів?

Лабораторна робота №7

Тема: Визначення показників якості шампунів, згідно стандартних вимог.

Мета роботи: Визначити основні показники якості шампунів та зробити висновок про відповідність аналізованих зразків стандартним вимогам.

Обладнання та реактиви:

Для проведення роботи необхідно

- шампунь/гель для душу/піна для ванни,
- цетилпіридиніл хлорид,
- дистильована вода,
- хлороформ,
- аргентум нітрат 0,1 М,
- калій хромат
- спиртометр,
- іонометр,
- хімічні склянки,
- бюкс,
- сушильна шафа,
- пісок,
- бюретка,
- піпетка,
- ділильна лійка.

Теоретична частина

Шампуні – це косметичні засоби для очищення волосся і шкіри голови і догляду за ним.

Піни для ванн і гелі для душу – це засоби для прийняття ванн і душу. Вони мають очищуючий, знежирюючий, ароматизуючий, тонізуючий та релаксуючий ефект.

Шампуні класифікують:

- за формою випуску (рідкі, кремоподібні, гелевидні, порошкоподібні та аерозольні. Найбільш поширені кремоподібні і гелевидні);
- за складом (на основі синтетичних поверхнево – активних речовин – ПАР; на основі власне мила і на змішаній основі – мила і ПАР); за призначенням (гігієнічні, лікувально-профілактичні і декоративні).

Порядок виконання роботи

1. Органолептичні показники:

1.1. *Зовнішній вигляд* – рідина або однорідна гелеподібна маса. При наявності БАР допускається невеликий осад. Визначають зовнішній вигляд візуально в прозорій ємності при температурі $22 \pm 2^\circ\text{C}$;

1.2. *Колір* – специфічний для шампуню даного найменування. Визначають колір візуально в порівнянні з контрольним зразком в пробірках діаметром від 15 до 44 мм при температурі $22 \pm 2^\circ\text{C}$;

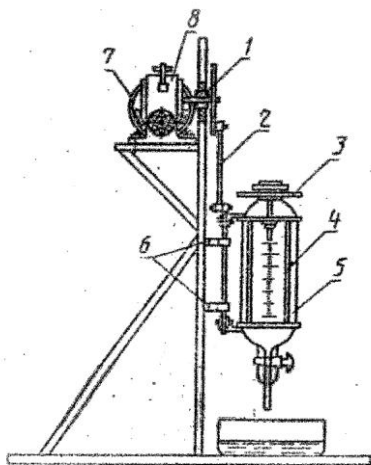
1.3. *Запах* – приємний, властивий шампуню даного найменування. Запах визначають органолептично при температурі $22 \pm 2^\circ\text{C}$.

2. Фізико-хімічні показники:

2.1. Водневий показник рН (шампунів, пін для ванн – 3,5-8,5, гелів для душу – 5,0-8,0). Визначають потенціометрично у водному розчині з масовою часткою густого або сухого піномийного засобу 10 %. рН рідких піномийних засобів вимірюють безпосередньо в досліджуваній рідині.

2.2. Пінотвірна здатність. Цей показник оцінюють за результатами вимірювання початкової висоти стовпа піни та стійкості піни.

2.3. Початкову висоту стовпа піни визначають у 3% розчині піномийного засобу в жорсткій воді на спеціальному приладі за методом ВНДІЖ (див. рис.).



Прилад ВНДІЖ для визначення пінотворної здатності піномийних засобів:

- 1 – маховик;
- 2 – шатун;
- 3 – зажимне кільце;
- 4 – пристрій для ділильної лійки;
- 5 – ділильна лійка;
- 6 – напрямні планки;
- 7 – електродвигун;
- 8 – редуктор

Згідно НТД цей показник має бути не менше 145 мм.

2.4. Стійкість піни. Стійкість піни (Ст.) – це відношення первинного об'єму піни (V_1) до об'єму піни (V_2), визначеного через 1 хвилину. Розраховують за формулою:

$$Ст = \frac{V_1}{V_2}$$

Згідно НТД цей показник дорівнює 0,8-1,0.

2.5. Масова частка ПАР (не більше 15%). Метод базується на утворенні натрію додецилсульфату після гідролізу піномийного засобу, який титрують цетилпіридиніл хлоридом у хлороформному шарі за змішаним індикатором. Паралельно проводять контрольний дослід.

2.6. Масова частка сухої речовини (не менше 7 %). Визначають гравіметрично, шляхом висушування і зважування до постійної маси бюксу з річковим піском і шампунем. Масову частку сухої речовини (X) в % розраховують за формулою:

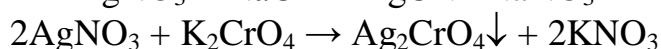
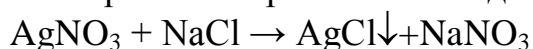
$$X = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100, \text{ де}$$

m_1 – маса бюксу з піском, г;

m_2 – маса бюксу з піском та піномийним засобом до висушування, г;

m_3 – маса бюксу з піском та піномийним засобом після висушування, г.

2.7. Масова частка хлоридів (не більше 6 %). Масова частка хлоридів у піномийних засобах визначається аргентометрично за методом Мора. $S=1$.



Вміст хлоридів (X) розраховують за формулою:

$$X = V \cdot T \cdot K \cdot 100 / m_n$$

m_n – маса наважки піномийного засобу, г;

V – об'єм 0,1M розчину AgNO_3 , витрачений на титрування наважки, мл.

2.8. Масова частка спирту етилового (не більше 11 %). Визначають спиртометром або методом газової хроматографії.

Лабораторна робота №8

Тема: Визначення показників якості мила туалетного, згідно стандартних вимог.

Мета роботи: Визначити основні показники якості туалетного мила, які враховують при стандартизації мила. За результатами зробити висновок про відповідність аналізованих зразків стандартним вимогам.

Обладнання та реактиви:

Для проведення роботи необхідно

- мило,
- натрій гідроксид 0,1 М,
- фенолфталеїн,
- хлоридна кислота 0,1 М,
- аргентум нітрат 0,1 М,
- калій хромат,
- спирт,
- бюретка,
- піпетка,
- ніж,
- ділильна лійка,
- прилад Жукова.

Теоретичні основи

Мила – це різноманітні солі вищих жирних, смоляних або нафтових кислот. За призначенням мила поділяють на косметичні, господарчі, промислові та спеціальні.

Мило туалетне – це очищуючий косметичний засіб для догляду за тілом і волоссям. За консистенцією мила поділяють на тверді і рідкі.

Мило туалетне тверде – це продукт, що складається з натрієвих солей натуральних і синтетичних жирних кислот з додаванням вільних і зв'язаних лугів (NaOH , Na_2CO_3 , NaHCO_3) та допоміжних речовин.

Контроль якості та стандартизацію мила туалетного проводять згідно ДСТУ- 1996-11.

Порядок виконання роботи

1. Органолептичні показники:

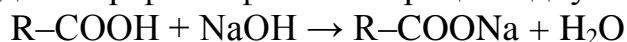
1.1. Зовнішній вигляд – в розрізі шматок мила має бути однорідним, не допускаються тріщини;

1.2. Форма, колір і запах мила повинні відповідати вимогам, встановленим в НТД для даного найменування;

2. Фізико-хімічні показники:

2.1. Масова частка жирних кислот.

Метод базується на титруванні жирних кислот, які утворюються при кислотному гідролізі мила. Титрують розчином натрію гідроксиду, використовуючи індикатор фенолфталеїн. Процес відбувається за реакцією.



Масову частку жирної кислоти можна знайти за формулою:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100}{m_n}$$

Згідно НТД вміст жирних кислот в милі туалетному твердому має бути 73.

2.2. Якісне число.

Якісне число (ЯЧ) вказує на вміст жирних кислот у туалетному милі в перерахунку на номінальну масу шматка мила 100 г.

Розраховують за формулою, виходячи з вмісту жирних кислот в милі:

$$X = m/m_1$$

де m – фактична маса шматка, г;

m_1 – номінальна маса шматка, г (100 г).

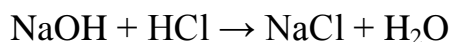
X – маса жирних кислот в 100 г мила.

Згідно НТД якісне число дорівнює 74-78.

2.3. Масова частка вільного лугу.

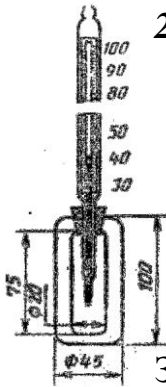
Визначення проводять у розчині спирту, нейтралізованого за фенолфталеїном. Титрують розчином кислоти хлороводневої до знебарвлення розчину.

При аналізі забарвленого мила титрування проводять у присутності контрольної проби для порівняння кольору розчину при титруванні. Визначення проходить за реакцією:



Розрахунок вмісту вільного лугу ведуть за формулою:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100}{m_n};$$

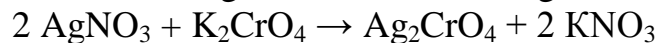
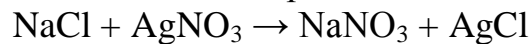


2.4 Температура застигання жирних кислот, виділених з мила, проводять на приладі Жукова. Прилад заповнюють жирними кислотами, закривають корком з термометром і обережно перевертають декілька разів, поки з'явиться помутніння. За температуру застигання приймають температуру, за якою спостерігається затримка падіння ртутного стовпчика термометру. Прилад Жукова для визначення температури застигання.

Згідно НТД цей показник має бути в межах 36-41°C.

2.5. Масова частка натрію хлориду.

Визначення проводять аргентометрично за методом Мора. Титрування схематично можна описати відповідними реакціями:



Масову частку натрій хлориду визначають за формулою:

$$\% = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100}{m_{\text{H}}}$$

При аналізі забарвленого мила проводять контрольний дослід:

$$\% = \frac{(V_{\text{о.д.}} \cdot V_{\text{к.д.}}) \cdot K \cdot T \cdot 100}{m_{\text{H}}}$$

Згідно НТД масова частка натрію хлориду в милі туалетному твердому має бути 0,40 %.

Лабораторна робота № 9

Тема: Визначення вмісту кальцію у зубних пастах.

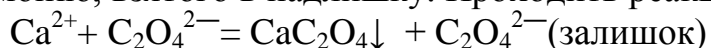
Мета роботи: ознайомлення з методами визначення Ca^{2+} в складі зубних паст.

Обладнання і реактиви:

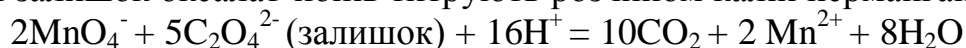
- ваги аналітичні,
- баня водяна,
- колба плоскодонна,
- бюретка,
- піпетки автоматичні,
- кислота хлоридна, конц.,
- метиленовий оранжевий (спиртовий),
- фільтр Шотта
- зубная паста, що містить сполуки кальцію (крейду, гідрофосфат кальцію).
- гідрофосфат кальцію (дикальційфосфат) або карбонат кальцію, порошок.
- водний розчин гідроксиду натрію, 0,1 н, 0,5 н.
- водний розчин трилону Б, 0,05 н.
- індикатор мурексид
- індикатор еріохром черний
- водний розчин гідроксиду амонію, 25 %-ий.
- нітрат магнію, «ч.».
- водний розчин хлоридної кислоти, 1 М.
- спирт етиловий.
- хлорид амонію, «ч.».
- водний розчин сульфату цинку, 0,05 н.

1. Теоретична частина

Йони кальцію можна визначати побічно, використовуючи реакцію осаження їх у вигляді солей оксалатної кислоти — оксалатів, з наступним визначенням оксалатів методом зворотного титрування. При такій процедурі спочатку йони кальцію осаджуються фіксованим об'ємом стандартного розчину оксалату амонію, взятого в надлишку. Проходить реакція:

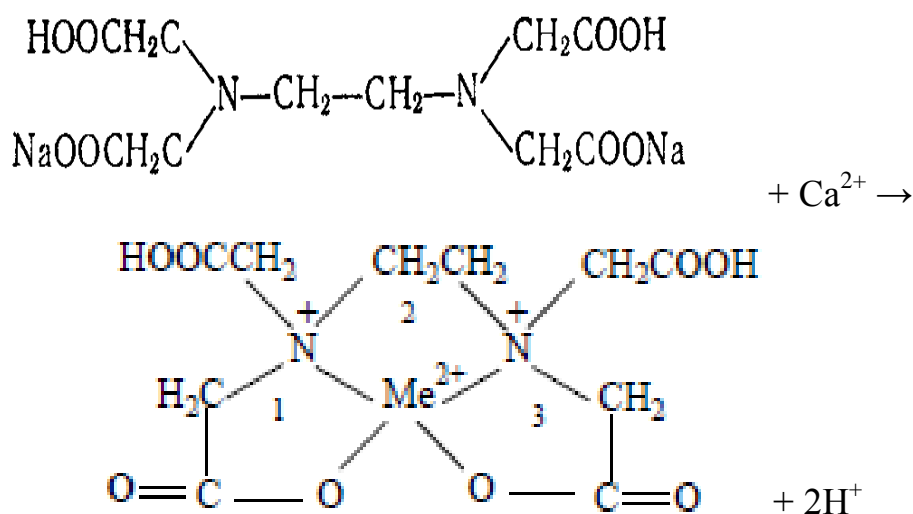


Потім залишок оксалат-йонів титрують розчином калій перманганату:

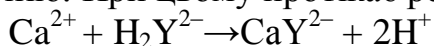


Іноді застосовують метод заміщення. В цьому випадку йони кальцію також осаджують надлишком розчину оксалату амонію. Отриманий осад відфільтровують, промивають дистильованою водою. Потім розчиняють його на фільтрі разбавленою сульфатною кислотою та титрують утворену оксалатну кислоту стандартним розчином перманганату калію. Титрування оксалатною кислотою проводять при нагріванні до температури 70—80 °С та появи блідорожевого забарвлення, що не зникає протягом 1 хв.

Другой метод визначення кальцію та його солей ґрунтується на прямому комплексометричному титруванні розчином ЕДТА у присутності індикаторів. Реакція протікає за рівнянням:



Хелатний комплекс, що виник, володіє невисокою стійкістю. Йони Гідрогену, що виділяються у процесі титрування, приводять до зміщення рівноваги даної реакції у сторону руйнування комплексу. Тому оптимальним рН для визначення йонів кальцію буде лужне середовище з рН 11. Іноді для отримання різкої зміни забарвлення індикатора поблизу кінцевої точки титрування до аналізованого розчину перед титруванням додають невелику кількість комплексонату магнію. При цьому протікає реакція:



Забарвлення комплексу магнію з індикатором зникає та з'являється забарвленні вільного індикатора.

2. Порядок виконання роботи

2.1. Визначення кальцію і магнію

Наважку 0,8—1,0 г зубної пасти зважують на аналітичних вагах у плоскодонній колбі. Потім приливають із бюретки обережно 25 мл розчину хлоридної кислоти. При цьому виділяється вуглекислий газ. Колбу з реакційною сумішшю нагрівають на водяній бані до повного припинення виділення газу (10—15 хв.), потім охолоджують, додають 3—5 крапель розчину метиленового оранжевого і титрують невитрачену в реакції хлоридну кислоту розчином гідроксиду натрію до переходу забарвлення із червоного в жовте. Паралельно проводять контрольний дослід.

Суму масових часток карбонатів кальцію і магнію розраховують за формулою:

$$X = [(V - V_x) K 0,02502 \cdot 100] / m ,$$

V , V_1 — об'єм розчину гідроксиду натрію, що витрачається на титрування соляною кислотою у контрольному досліді та в робочому досліді;

K — коефіцієнт поправки до 0,5 н розчину титранту; *m* — маса наважки зубної пасти; 0,02502 — кількість карбонату кальцію, що відповідає 1 мл 0,5 н р-ну гідроксиду натрію.

2.2. Комплексометричне визначення кальцію у зубній пасті

Комплексометричне титрування іонів кальцію з допомогою ЕДТА (трилон Б) проводять у присутності індикатора мурексиду. Індикатор утворює з йонами кальцію комплексну сполуку червоного кольору. При титруванні розчину трилоном Б у точці еквівалентності винно-червоне забарвлення переходить у забарвлення вільного індикатора (синій). Для оптимального проходження реакції утворення комплексу, титрування проводять у сильнолужному середовищі.

Водний розчин для осадження: 53 г нітрату магнію і 75 г хлориду амонію розчиняють в 500 мл води. Водний розчин для промивання: до 2,5 %-ого розчину амоніаку додають 0,5 %-ий розчин амоній хлориду.

Розчин, що містить наважку сполук кальцію, що відповідає 55—65 мг Са, разбавляють водою до 100 мл, приливають 5 мл розчину гідроксиду натрію (до рН 12), додають індикатор та титрують трилоном Б до переходу забарвлення від червоного до синього. У зубній пасті, що містить карбонат кальцію або гідрофосфат кальцію, для їх розділеного визначення використовують комплексометричний метод. Попередньо готують робочий розчин. Для цього наважку зубної пасти масою до 1 г, зважують на аналітичних вагах, обробляють соляною кислотою і нагрівають до повного припинення виділення вуглекислого газу. Розчин охолоджують та кількісно переносять у мірну колбу об'ємом 100 мл, доводять об'єм розчину до мітки етиловим спиртом. Потім 10 мл отриманого розчину відбирають піпеткою у конічну колбу об'ємом 250 мл, приливають 30 мл 5 %-го розчину трилону Б, 50 мл води, 20 мл насиченого розчину хлориду амонію, 35 мл розчину для осадження. Потім осаджують фосфат-іон, додають 15—20 мл аміаку і нагрівають суміш до кипіння.

Отриманий осад відфільтровують на фільтрі Шотта № 4 та промивають 2—3 рази розчином для промивання. Осад на фільтрі розчиняють у 15—20 мл разбавленої хлоридної кислоти, збирають розчин у той стакан, в якому проводили осадження.

До отриманого розчину додають 15 мл 0,05 н розчину трилону Б, нейтралізують амоніаком до рН 2—3, приливають 10 мл аміачного буферного розчину і титрують надлишок комплексу розчином сульфату цинку в присутності еріхрому черного до переходу забарвлення від синього до рожево-бузкового. Масову частку дикальцій фосфатау в (%) розраховують за формулою:

$$X_x = \{(V - V_x) \cdot 0,0043 \cdot V_2 - 100\} / m \cdot V_3,$$

де *V* — об'єм розчину трилону Б; *V*₁ — об'єм розчину сульфату цинку, витраченого на титрування надлишку трилону Б; 0,0043 — кількість дикальцій фосфату в зубній пасті, що відповідає 1 мл 0,05 н розчину трилону Б; *V*₂ — загальний об'єм кислотної витяжки; *m* — маса наважки зубної пасти; *V*₃ — об'єм аліквотної частки кислотної витяжки.

2.3. Визначення суми крейди і фосфатів у зубній пасті

У конічну колбу об'ємом 250 мл піпеткою відбирають 10 мл розчину зубної пасти, разбавляють водою до 100 мл і нейтралізують розчином амоніаку до рН 2 за індикаторним папером. Потім додають 20 мл аміачного буферного розчину і повільно титрують розчином трилону Б у присутності кислотного хрома темно-синього до переходу забарвлення з червоного до синього. Масову частку кальцію X_2 (%) розраховують за формулою:

$$X_2 = (K_4 - 0,0025 \cdot V_2 \cdot 100) / (m - V_3),$$

де V_4 — об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування;

V_2 — загальний об'єм кислотної витяжки;

V_3 — об'єм кислотної витяжки, взятий для титрування; m — маса наважки зубної пасти; 0,0025 — кількість карбонату кальцію, що відповідає 1 мл 0,05 н розчину трилону Б.

Контрольні запитання

1. Лікувально-профілактичні добавки та вітаміни. Їхні функції, характеристика та призначення.
2. Наведіть класифікацію зубних паст. Основні компоненти зубних паст та їх характеристика.
3. Що таке зубні пасти комплексної дії?
4. Дайте характеристику та опишіть гігієнічне призначення зубних еліксирів, ополіскувачів, освіжуючих засобів.

ДОДАТОК

Жири, олії та їх властивості

Вступ

Жирно-кислотний склад і відношення насичених і ненасичених кислот у оліях багато в чому визначають їх властивості, залежать від виду вихідної сировини (місця походження, умов вегетації, збору, зберігання, транспортування і т.д.).

Жирні кислоти, які містять 18 атомів С, називаються незамінними (есенціальними), тому що вони не синтезуються у тваринному організмі. Тому вони обов'язково повинні бути присутніми у їжі. Такі ненасичені карбонові кислоти, як ліолева з 18 вуглецевими атомами і двома двійними зв'язками (умовне позначення С18:2), ліоленова кислота (С 18:3), омега-3-кислоти (з трьома двійними зв'язками), грають головну роль у біохімічних процесах у шкірі.

Карбонові кислот, особливо ненасичені, здатні до окислення альдегідів, кетонів і пероксидів, які володіють гірким смаком і неприємним запахом. Цей процес називають згіркненням. Для запобігання згіркнення ліпідів у склад косметичних засобів вводять антиоксиданти.

Середньостатистичний склад природних жирів такий: 25 % - тригліцериди карбонових кислот, 25 % - складні естери других високомолекулярних спиртів і карбонових кислот, 20 % - ненасичені жирні кислоти, 10 % - насичені жирні кислоти, 5 % - холестерин (вільний і зв'язаний з іншими компонентами), 15 % вуглеводи, враховуючи сквален. У шкірному жирі людини ($t_{nl}= 15^{\circ}\text{C}$) жирно-кислотний склад визначається вмістом (% мас.) пальмітинової (25), стеаринової (8), олеїнової (50) і ліолевої (10) кислот. Жирно-кислотний склад жирів різний у різних органах людини.

Всі жири нерозчинні у воді, мають густину меншу від густини води, плавляться в органічних розчинниках, таких, як бензин, бензен, хлороформ та інші. Самі жири є розчинниками для малорозчинних (УФ- фільтри, вітаміни та інші) інгредієнтів. Жири – погані провідники тепла і електрики. Тому присутність у шкірі людини жирів є хорошими ізоляторами і допомагають організму утримувати тепло. При нагрівання у воді або в присутності каталізаторів (іонів металів, ферментів) жири піддаються гідролізу. Продуктами гідролізу є гліцерин і суміш карбонових кислот.

Природні воски – це комплекс нерозчинних у воді сполук: складних естерів (до 30 %), карбонових кислот, спиртів, вуглеводів та інших. У залежності від походження, розрізняють воски тваринні і рослинні. У косметичних композиціях воски надають структуровану і стабільну дії, регулюють в'язкість, підвищують термостабільність кремів. Воски утворюють плівку, яка запобігає зневодненню шкіри.

Бджолиний віск – тверда тендітна маса з приємним медовим запахом і темпера торую плавлення $\approx 70^{\circ}\text{C}$. Розчинний у ефірах, хлороформі, гарячому

спирті. Містить жирні кислоти (10-15, в основному стеаринову), мірицілпальмітат (до 33%), мірицилпальмітоолеат (12 %), високомолекулярні (від C₂₀) парафіни (13 %). Добре поєднуються з багатьма видами косметичної сировини. Прополіс – одна із форм бджолиного воску з яскраво вираженим лікувальним ефектом. Володіє регенеруючими діями, є антисептиком і бактерицидною речовиною.

Спермацет – біла, опалесцентна, луската речовина з легким характерним запахом. Є сумішшю цетилових ефірів пальмітинової і стеаринової кислот. Сировиною для його отримання є кашалотовий жир, що містить до 30 % спермацету.

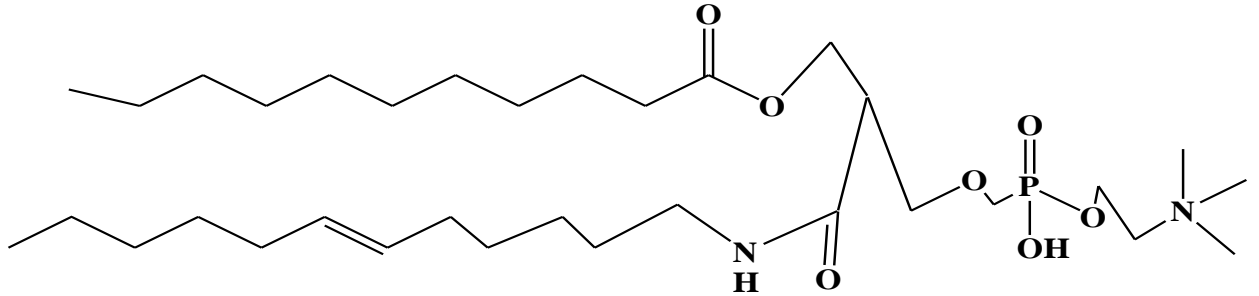
Ланолін - в'язка, воскоподібна маса, що є сумішшю шерстяного жиру і води. Шерстяний жир виробляється сальними і потовими залозами овець. Містить вищі спирти, жирні кислоти (до 30), ефіри холестерину (до 39 %) та ізохолестерин (до 27 %).

Розчинні у полярних органічних розчинниках. Добре пом'якшують шкіру, усуває її лущення. Композиція із 1 частини вазеліну і 2 частин ланоліну є мазевою основою лікарських засобів.

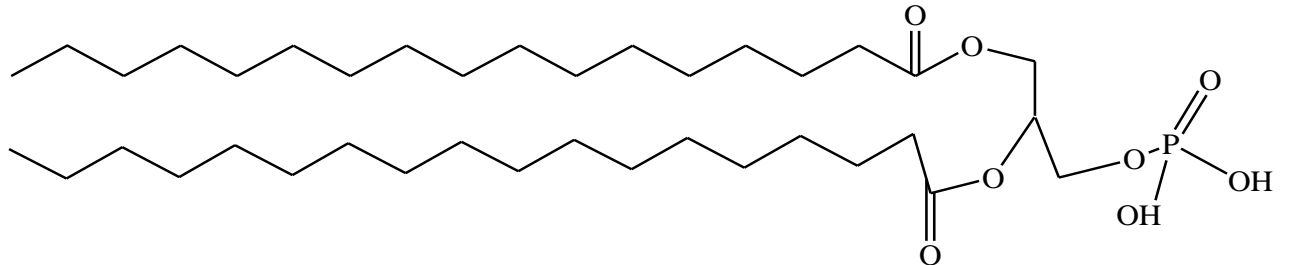
Воски рослинні. Отримують при переробці рослинної сировини. Воски троянди, лаванди, герані, хвої мають відповідний специфічний запах. Володіють протизапальними і бактерицидними діями. Карнаубський віск отримують при переробці пальмового листа. Є тугоплавкою речовиною, утворює міцну і стійку плівку, що зумовлює його широке застосування у декоративній косметиці. Канделильський віск, отриманий із кактусів, поєднує властивості твердого карнаубського і більш м'якого бджолиного восків. Використовується у складі препаратів декоративної косметики. В залежності від здатності до гідролізу ліпіди розділяють на омилюючі і неомилюючі. Омилюючими є прості ліпіди (ефіри гліцерину і жирних кислот) і складні (фосфоліпіди, сфінголіпіди, гліколіпіди). До неомилюючих ліпідів відносять стероїди, трепеноїди та інші.

Омилюючі складні ліпіди складають структурну основу біологічних (клітинних) мембран. Фосфоліпіди – ліпіди, що містять як структурний фрагмент залишок фосфорної кислоти. До фосфоліпідів відносять лецитин, фосфатидилсерин або фосфатидолінозитол. Дифільна будова фосфоліпідів обумовлює їх колоїдні властивості: вони добре адсорбуються на міжфазних границях, а в об'ємі рідкої фази утворюють впорядковані бішарові структури, рідкокристалічні фази.

В **гліцерофосфоліпідах** одна із гідроксильних груп зв'язана з полярною групою, а дві інші – з гідрофобними групами.

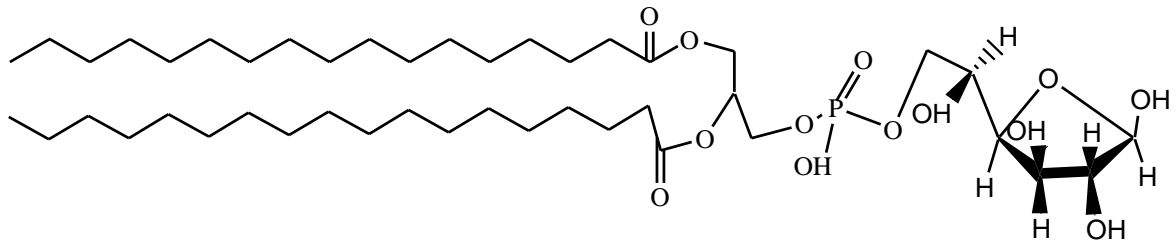


Гліцерофосфоліпід
 В **фосфосфінголіпідах** (**сфінгомієлінах**) гідрофобна частина представлена **амідом**.



Сфінгомієлін

В **гліколіпідах** до гліцеринового залишку за допомогою глікозидного зв'язку приєднана вуглеводна група (глюкоза, галактоза, олігосахариди, ін.).

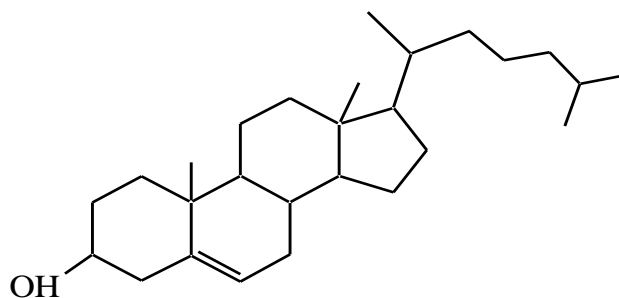


Гліколіпід

Неомилені ліпіди.

До неомилених ліпідів відносять стероїди (холестерол, ситостерол), жиророзчинні вітаміни (D, E, A, K), простагландини.

Холестерол – одноатомний спирт складної будови, що становить 30 % мас. мембранних ліпідів тваринних клітин. Основна маса холестеролу знаходиться у зв'язаному стану у вигляді ацильних, алкільних і алкельних естерних похідних.



Холестерол

Стероїди рослинного походження (стигма стерин, β -ситостерин) називають фітостеринами. Характерним для неомилених ліпідів та їх похідних є висока біологічна активність: вони беруть участь у реакціях біосинтезу, підсилюють оптимальну активність ферментів, регулюють ріст клітин. В теперішній час помітна тенденція зростання застосування неомилених ліпідів в складі косметичних засобів.