



МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДВНЗ «Прикарпатський національний університет
імені Василя Стефаника»

Факультет природничих наук
Кафедра хімії

**ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ НАТРІЙ
ХЛОРИДУ В СИРНИХ ВИРОБАХ
КОНДУКТОМЕТРИЧНИМ ТА
АРГЕНТОМЕТРИЧНИМ МЕТОДАМИ**

ІНСТРУКЦІЯ ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

із дисципліни «Аналітична хімія харчових продуктів»

ІВАНО-ФРАНКІВСЬК
2020

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

ТЕМА: визначення масової частки натрій хлориду в сирних виробках кондуктометричним та аргентометричним методами.

МЕТА: навчитися визначати вміст натрій хлориду в сирних виробках методом кондуктометрії, освоїти аргентометричний метод визначення масової частки натрій хлориду у пробі, обробляти отримані результати аналізу.

ОБЛАДНАННЯ ТА РЕАКТИВИ: хімічні склянки; бюретка; фарфоровий тигель; скляні лійки; конічні колби; мірні колби місткістю на 100 см³; електрична плитка; паперові фільтри; скляні палички; AgNO₃ (ч.д.а.); KCrO₄ (100 г/дм³); NaCl (10 г/дм³); дистильована вода; електронні ваги; скляний термометр; мірний циліндр на 50 см³; піпетки місткістю на 50 см³, кондуктометр Мі 170, ступка, пестик, мірний циліндр на 50 см³, фільтрувальний папір,

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Сіль відіграє роль смакового інгредієнта й регулятора мікробіологічних та ферментативних процесів, які перебігають у сирах під час їх дозрівання й зберігання. Від вмісту солі в сирі залежать його смак, колір, запах, консистенція. Тому визначення вмісту натрій хлориду в сирі - це відповідальна операція технологічного й лабораторного контролю його якості.

Визначення вмісту солі в твердих продуктах сирного виробництва часто здійснюють кондуктометричним методом за допомогою калібрувальних графіків. Прикладом може бути методика визначення масової частки кухонної солі в сичуговому сирі, в якій досліджуваним об'єктом є водна витяжка сиру.

Підготовка зразків сиру до аналізу та вимірювання електропровідності водної здійснюється за наведеною нижче методикою. Залежність електропровідності водної витяжки сичугового сиру від вмісту в ній солі наведена на Рис. 1. Концентрацію солі знаходять за допомогою калібрувального графіка.

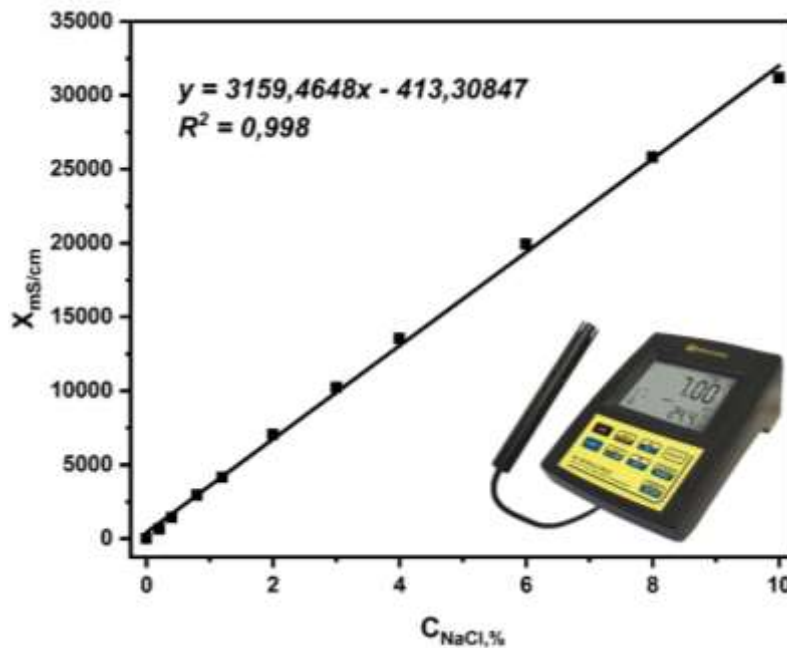


Рис.1. Залежність електропровідності водної витяжки сичугового сиру від вмісту в ньому солі.

Час вимірювання електропровідності досліджуваних зразків за даним методом становить 2 хв. Погрішність даного методу не поступається погрішності арбітражного методу, а його переваги полягають у значному скороченні часу на виконання одиничних аналізів та у відсутності необхідності застосування дорогих реактивів, у першу чергу, аргентум нітрату. Треба мати на увазі, поряд з оперативністю контролю якості сичугових сирів, даний експрес-метод дозволяє визначати концентрацію у розсолі саме натрій хлориду, а не загальний вміст сухих речовини, як це має місце при широко поширеному ареометричному методі, який не враховує дифузію у розсіл під час просолювання сиру інших компонентів насамперед лактози та білкових сполук.

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1.1. Визначення вмісту солі у сирних продуктах кондуктометричним методом

Метод призначений для оперативного виробничого контролю якості сирів і сирних продуктів і дозволяє визначати вміст в них солі (натрій хлориду) у діапазоні від 0,1 до 7%. У 2010 году даний метод став стандартизованим методом контролю якості сирних продуктів.

1.2. Підготовка проби до аналізу

Сирний продукт масою 35....40 г поміщають у порцелянову ступку ретельно розтирають до однорідної консистенції. До подрібненої наважки масою 30 г додають дистильовану воду з температурою 45 ± 5 °С, після чого суміш ретельно перемішують протягом 20 хв. Одержану суспензію кількісно переносять у скляний стакан місткістю 200 мл. Ступку й товкачик декілька разів промивають дистильованою водою, зливаючи її у той же стакан. Загальний об'єм використаної води повинен складати 120 мл. Суспензію фільтрують через 6 ... 8 шарів марлі.

У склянку ємністю 150 мл наливають 50 мл отриманої водної витяжки сирного продукту з температурою $25 \pm 0,5$ °С, поміщають датчик кондуктометра. Додають 75 мл дистильованої води, так щоб датчик кондуктометра був повністю занурений у сирну витяжку. Вимірюють електропровідність розчину, результат аналізу фіксують, коли покази кондуктометра залишаються сталими протягом 1 хв або змінюються за цей час не більше, ніж на 0,2 мСм/см.

1.3. Обробка результатів вимірювань

Вміст солі у сугучих сирних продуктах, а також у твердих, напівтвердих сирах, розраховують за формулою:

$$X_1 = \frac{(W-413,30847)}{3159,4648}, \quad (1)$$

де X_1 - масова частка натрій хлориду, %; W - питома електропровідність водної витяжки сирного продукту, мСм/см; 413,30847 - фонові електропровідність водної витяжки несолоного сиру або сирного продукту після пресу, мСм/см; 3159,4648 - коефіцієнт перерахунку результатів вимірювання питомої електропровідності на відсоткову концентрацію солі, «мСм/см» -на «%». Отримані результати заносять до табл. 1.

2.1. Визначення натрій хлориду в солоних сирних виробках методом з аргентум нітратом без попереднього озолення

2.2. Підготовка до аналізу

1) **Завдання:** приготування розчину аргентум нітрату (1 см³ розчину повинен відповідати 0,01 г NaCl): 2,906 г аргентум нітрату, кількісно переносять

в мірну колбу місткістю на 100 см³, розчиняють в дистильованій воді, ретельно перемішують до повного розчинення, доводять дистильованою водою до мітки. Титр розчину стандартизують по натрій хлориді (1 см³ розчину повинен відповідати 0,01 г NaCl).

2) Завдання: приготувати 50 мл розчину KCrO₄ (100 г/дм³). В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість KCrO₄, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

3) Завдання: приготувати 100 мл розчину NaCl (10 г/дм³). В мірну колбу кількісно перенесіть попередньо розраховану та зважену кількість NaCl, розчиніть у дистильованій воді та доведіть розчин до мітки.

2.3. Підготовка проби до аналізу

5 г продукту, поміщають у склянку місткістю 100 см³, доливають 50 см³ дистильованої води, нагрітої до 90 °С. Продукт добре розтирають скляною паличкою і вміст склянки кількісно переносять в мірну колбу місткістю 100 см³ за допомогою дистильованої води, нагрітої до 70-80 °С. Мірну колбу з вмістом охолоджують до 20 °С, доливають дистильованою водою до мітки, добре перемішують і фільтрують через сухий фільтр в чисту, суху колбу. Якщо фільтрат виходить мутний, його переливають назад в мірну колбу і фільтрування повторюють.

У конічну колбу піпеткою доливають 50 см³ фільтрату, додають 5-8 крапель розчину калій хромату і фільтрат титрують розчином аргентум нітрату при постійному збовтуванні до появи слабкого цегляно-червоного забарвлення, який не зникає при збовтуванні і подрібненні паличкою великих частинок осаду.

2.4. Обробка результатів вимірювань

Масову частку хлористого натрію в солоних сирних виробих $X_2, \%$, обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{V \cdot 100}{m \cdot 50}, \quad (2)$$

де V - об'єм розчину аргентум нітрату (1 см^3 якого відповідає точно $0,01$ г натрій хлориду), витраченого на титрування 50 см^3 фільтрату, см^3 ;

m - маса наважки продукту, г.

За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допустимі розбіжності яких не повинні перевищувати $0,2\%$. Отримані результати заносять до табл. 1.

Таблиця 1

№ з/п	Досліджуваний продукт	$X_1, \%$	$X_2, \%$

Контрольні питання

1. Дайте характеристику питомої електропровідності розчинів. Які фактори впливають на її величину?
2. На чому ґрунтується кондуктометричний метод аналізу? Вкажіть переваги та недоліки кондуктометричного методу.
3. Дайте характеристику методу прямої кондуктометрії. Що являє собою кондуктометрична комірка?
4. Наведіть методику визначення вмісту солі у сирах та сирних продуктах.
5. Які види кондуктометрів Ви знаєте? Які задачі вони здатні виконувати?