



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

Факультет природничих наук
Кафедра хімії

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ ІОНІВ
КАЛЬЦІЮ У ПРОДУКТАХ
ХАРЧУВАННЯ

ІНСТРУКЦІЯ ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

із дисципліни «Аналітична хімія харчових продуктів»

ІВАНО-ФРАНКІВСЬК
2020

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Тема: визначення концентрації іонів кальцію у продуктах харчування.

Мета роботи: освоїти методику визначення концентрації іонів кальцію у продуктах харчування титриметричним методом.

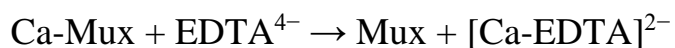
Прилади, обладнання, матеріали: молоко, сир, шкаралупа від яєць, піпетки на 10 і 20 см³; 250 см³ конічні колби, мірні колби об'ємом 100, 250 та 500 см³; індикаторний папір; електронні ваги; мірні циліндри на 10 см³ і 100 см³, бюретка, штатив.

Приготування розчинів:

1. 0,1 н розчин EDTA готують з використанням стандарт-титрів.
2. 0,05 н розчин EDTA готують шляхом розбавлення 0,1 н розчину EDTA.
3. Мурексид (1 масова частина мурексиду + 99 масових частин NaCl).
4. Розчин гідроксиду натрію (8 моль/л): Зважують 32 г гідроксиду натрію в конічну колбу об'ємом 250 мл і обережно розчиняють у 100 мл дистильованої води. *(розчин NaOH під час розчинення нагрівається; температуру можна контролювати, холодною водопровідною водою).*
5. 0,05 н розчин MgSO₄ готують з використанням стандарт-титрів.
6. Еріохром чорний Т (змішують 0,25 г еріохрому чорного Т з 50 г сухого NaCl).
7. Амонійна буферна суміш: 20 г амоній хлориду марки х.ч. розчиняють в 100 см³ дистильованої води й перемішують із 100 см³ 20%-вого розчину NH₄OH, доводять дистильованою водою до 1 дм³.
8. Фосфатна буферна суміш (рН = 4,8 - 8,0): розчин гідрофосфату натрію готують шляхом розчинення 11,866 г Na₂HPO₄*2H₂O та 9,072 г KH₂PO₄ дистильованою водою в колбі ємкістю 1 л.
9. 2 моль/л розчин HCl готують шляхом розбавлення концентрованої хлоридної кислоти;
10. 2 моль/л розчин NaOH готують з використанням стандарт-титрів.

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Комплексонометричне титрування, використовується для визначення вмісту кальцію в молоці, «твердості» води та кількості карбонату кальцію в різних твердих матеріалах. Метод використовує молекулу під назвою EDTA, яка утворює комплекс з іонами кальцію. В якості індикатора використовується барвник під назвою мурексид. Цей барвник також утворює комплекс з іонами кальцію, що змінюють колір від рожевого / червоного до фіолетового, але іонний комплекс барвник - метал менш стійкий, ніж комплекс іонів металів EDTA – метал. В результаті, коли титруючий іон кальцію-Мурексид титрується EDTA, іони Ca^{2+} реагують, утворюючи сильніший комплекс з EDTA. Для титрування індикатор додають до розчину зразка, що містить іони кальцію, і утворює рожево-червоний комплекс-індикатор іону кальцію (Ca-Мурексид). Потім цей розчин титрують EDTA. Кінцева точка виникає, коли розчин стає фіолетовим, що вказує на те, що комплекс Ca-Мурексид повністю замінений комплексом іону кальцію-EDTA і індикатор Мурексид повертається до фіолетового кольору. Рівняння реакції:



Примітка: Ca-Мурексид рожевий / червоний, а Мурексид - фіолетовий.

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. *Визначення концентрації робочого розчину трилону Б (стандартизація).*

Визначення проводять при $\text{pH} = 9,2$. У конічну колбу відміряють піпеткою 100 см^3 $0,05 \text{ н}$ розчину магній сульфату, додають циліндром 5 см^3 амонійної буферної суміші та декілька кристалів індикатора еріохрому чорного. Титрують трилоном Б до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє. Обчислюють нормальну концентрацію трилону Б за формулою:

$$C_{\text{ТР}} = \frac{C_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{ТР}}} \text{ моль-екв/дм}^3, \quad (1)$$

де $C_{\text{ТР}}$ – нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль-екв/дм³; C_{MgSO_4} – нормальна концентрація розчину сульфату магнію, моль-екв/дм³; V_{MgSO_4} – об'єм розчину сульфату магнію, взятого для титрування, см³; $V_{\text{ТР}}$ – об'єм розчину трилону Б, що пішов на титрування, см³.

2. *Визначення вмісту кальцію у молочних продуктах.*

2.1. *Підготовка зразка до аналізу.* Зразки кальцію, які вже знаходяться в розчині, такі як водопровідна вода та молоко, не потребують подальшої підготовки.

2.2. *Проведення досліджень.*

1. Відбирають аліквоту 10 мл молока в конічну колбу.

2. Додають 100 мл дистильованої води та 4 мл 8 моль/л розчину гідроксиду натрію і дають розчину постояти близько 5 хвилин з періодичним перемішуванням. Невелика кількість магнію гідроксиду може осаджуватися протягом цього часу.

3. Додають 0,05 г індикатора мурексиду і перемішують розчин, щоб розчинити порошок.

4. Титрують пробу розчином 0,05 н EDTA. Кінцева точка титрування - це зміна кольору від рожевого / червоного до фіолетового. Повторюють титрування з подальшими зразками, поки не будуть отримані відповідні результати (об'єм не повинен відрізнятись більше, ніж на 0,1 мл). Вміст іонів Ca^{2+} розраховують за формулою:

$$X_{\text{Ca}^{2+}} = \frac{C_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \cdot M_e \cdot 1000}{V_a} \text{ мг/л - молока,} \quad (2)$$

де C_{EDTA} – нормальна концентрація робочого розчину EDTA, моль екв/дм³; V_{EDTA} – об'єм робочого розчину EDTA, що пішов на титрування, см³; M_e – молярна маса еквіваленту кальцію (20,04), г/моль; V_a – об'єм проби молока, взятої для титрування, см³. Отримані результати заносять до табл. 1.

2.3. *Підготовка екстрактів сиру до аналізу.*

Для отримання екстрактів сиру зразки піддаються руйнуванню з метою виділення з них жиру. Зважують 10 г зразків сиру, подрібнюють і розтирають кожен зразок. Додають до отриманих зразків по 20 мл фосфатного буферного розчину, отримані суміші фільтрують (*Буферний розчин використовують для підтримки сталого значення рН*). Фільтрати сиру поміщають в центрифужні пробірки і проводять центрифугування з метою подальшого відділення жиру.

2.4. *Проведення досліджень.*

1. Відбирають аліквоту 10 мл отриманого екстракту в конічну колбу.

2. Додають 100 мл дистильованої води та 4 мл 8 моль/л розчину гідроксиду натрію.

3. Додають 0,05 г індикатора мурексиду і перемішують розчин, щоб розчинити порошок.

4. Титрують пробу розчином 0,05 н EDTA. Кінцева точка титрування - це зміна кольору від рожевого / червоного до фіолетового. Повторюють титрування з подальшими зразками, поки не будуть отримані відповідні результати (об'єм не повинен відрізнятись більше, ніж на 0,1 мл). Вміст іонів Ca^{2+} розраховують за формулою:

$$X_{\text{Ca}^{2+}} = \frac{C_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \cdot M_e \cdot V_k}{V_a \cdot m} \text{ мг/г}, \quad (3)$$

де C_{EDTA} – нормальна концентрація робочого розчину EDTA, моль екв/дм³; V_{EDTA} – об'єм робочого розчину EDTA, що пішов на титрування, см³; M_e – молярна маса еквіваленту кальцію (20,04), г/моль; V_a – об'єм екстракту сиру, взятої для титрування, см³; V_k – об'єм колби, см³; m – маса наважки сиру. Отримані результати заносять до табл. 1.

3. Визначення вмісту кальцію у яєчній шкаралупі.

3.1. Підготовка зразка до аналізу.

Тверді зразки, такі як вапняк і яєчна шкаралупа, спочатку повинні бути розчинені в кислоті:

1. Точно зважують приблизно 0,5 г твердої речовини в маленьку склянку або конічну колбу, додають приблизно 20 мл хлоридної кислоти (2 моль/л) і дають твердому речовині повністю розчинитися (це може зайняти деякий час).

2. Непрореаговану кислоту нейтралізують розчином гідроксиду натрію (2 моль/л) до тих пір, поки рН розчину не становитиме 7 (згідно з показником індикаторного паперу). З яєчними шкаралупами внутрішня мембрана не розчиниться і її слід обережно видалити з розчину.

3. Переносять розчин в мірну колбу об'ємом 100 мл і доводять до мітки дистильованою водою.

3.2. Проведення досліджень.

1. Відбирають аліквоту 20 мл розчину в конічну колбу.

2. Додають 100 мл дистильованої води та 4 мл 8 моль/л розчину гідроксиду натрію.

3. Додають 0,05 г індикатора мурексиду і перемішують розчин, щоб розчинити порошок.

4. Титрують пробу розчином 0,05 н EDTA. Кінцева точка - це зміна кольору від рожевого / червоного до фіолетового. Повторюють титрування з подальшими зразками, поки не будуть отримані відповідні результати (об'єм не повинен відрізнятись більше, ніж на 0,1 мл). Вміст іонів Ca^{2+} розраховують за формулою:

$$X_{\text{Ca}^{2+}} = \frac{C_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \cdot M_e \cdot V_k}{V_a \cdot m} \text{ мг/Г}, \quad (4)$$

де C_{EDTA} – нормальна концентрація робочого розчину EDTA, моль екв/дм³; V_{EDTA} – об'єм робочого розчину EDTA, що пішов на титрування, см³; M_e – молярна маса еквіваленту кальцію (20,04), г/моль; V_a – об'єм проби води, взятої для титрування, см³; V_k – об'єм проби води, взятої для титрування, см³; m – маса наважки яєчної шкаралупи. Отримані результати заносять до табл. 1.

Таблиця 1

№ з/п	Досліджуваний продукт	$X_{\text{Ca}^{2+}}$, (мг/л),(мг/г)