



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

Факультет природничих наук
Кафедра хімії

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЛИМОННОЇ КИСЛОТИ У ЦИТРУСОВІЙ СИРОВИНІ

ІНСТРУКЦІЯ ДО ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

із дисципліни «Аналітична хімія харчових продуктів»

ІВАНО-ФРАНКІВСЬК
2020

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Тема: визначення концентрації лимонної кислоти у цитрусовій сировині.

Мета роботи: освоїти методику роботи на кондуктометрі Мі 170, навчитися визначати концентрацію лимонної кислоти за графіком кондуктометричного титрування.

Прилади та реактиви: 0,1 М NaOH, 0,1 М HCl, мірні колби на 500 мл, мірні циліндри на 50 мл, фарфорові чашки, лійки, фільтрувальний папір, термостат ТС-80, кондуктометр Мі 170, електронні ваги, дистильована вода.

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Суть методу кондуктометричного титрування полягає у вимірюванні електропровідності розчину електроліту після додання до нього певних незначних порцій титранту. Після чого будують криву титрування в координатах «W-V», де V - об'єм титранту, що пішов на титрування. Точку еквівалентності визначаються за різкою зміною ходу кривої, яка пов'язана з різною рухливістю іонів, які приймають участь у хімічній реакції. Характер кривої титрування залежить від природи електролітів, що взаємодіють та рухливості іонів в розчині, але на ній обов'язково повинна бути точка перегину.

Кондуктометричне визначення точки еквівалентності використовують в:

- комплексонометричному титруванні, де утворення комплексів супроводжується виділенням в розчин вільних протонів;
- осаджувальному титруванні, під час проведення якого застосовують титранти, що утворюють осади з досліджуваними речовинами, тобто де має місце зв'язування більш рухливих іонів і перехід їх в осад;
- методі нейтралізації, що ґрунтується на зв'язуванні гідроксид-іонів та протонів у сполуки, що практично не дисоціюють;
- окисно-відновних реакціях.

Розглянемо, як змінюється електропровідність розчин при титруванні сильної кислоти (HCl) лугом (NaOH). У розчині під час титрування перебігає така хімічна реакція:



Електропровідність вихідного розчину хлоридної кислоти становить великі значення внаслідок наявності в ньому великої кількості рухливих іонів H^+ . При доданні до розчину лугу іони OH^- взаємодіють з іонами H^+ утворюючи молекули води, які не дисоціюють. Замість іонів гідрогену в розчині з'являються менш рухомі катіони натрію. Електропровідність розчину при цьому буде поступово зменшуватися, доки усі іони H^+ , не будуть заміщені на іони натрію. Мінімальне значення електропровідності буде в точці еквівалентності - в момент повної нейтралізації кислоти лугом. Після досягнення точки еквівалентності подальше додання лугу буде призводити до зростання провідності розчину внаслідок появи в ньому рухливих іонів OH^- .

Техніка виконання кондуктометричного титрування. Схема установки для кондуктометричного титрування наведена на Рис. 1. Перед початком аналізу поверхню електродів необхідно очистити. Кондуктометр 1 включають у мережу і прогрівають протягом 5 хв. Заповнюють бюретку 5 титрантом: в даному випадку розчином лугу. Для титрування застосовують мікробюретки, які дозволяють приливати титрант порціями на 0,1 мл. Далі у комірку піпеткою вносять 10 мл 0,01 М розчину хлоридної кислоти. Якщо розчин не покриває повністю електроди датчика 2, то в комірку додають дистильовану воду, доки отвори на електроді не будуть повністю покриті рідиною.

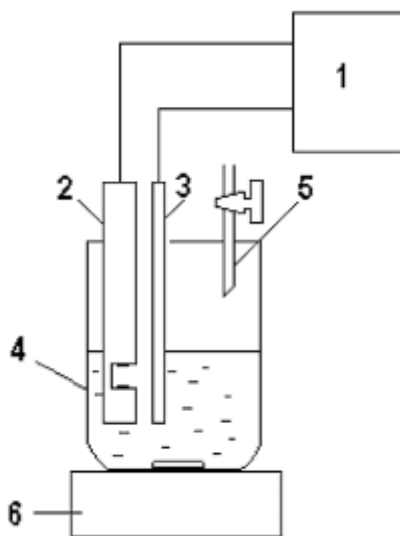


Рис.1. Схема установки для кондуктометричного титрування: 1 – кондуктометр МІ 170; 2 – кондуктометричний електрод; 3 – термометр; 4 – хімічний стакан з досліджуваным розчином; 5 – бюретка; 6 – магнітна мішалка.

Включають магнітну мішалку і через 1...2 хв вимірюють вихідну електропровідність розчину. При безперервному перемішуванні з бюретки приливають певними порціями, наприклад по 0,1 мл, розчин лугу. Після кожної доданої порції лугу очікують 1 ... 2 хв, після чого реєструють електропровідність розчину, доки не буде виявлена точка еквівалентності даної реакції, якій відповідає мінімальне значення електропровідності. Після проходження точки перегину електропровідність визначають ще в 4-5 точках. Титрування повторюють до одержання трьох збіжних результатів, які розрізняються не більш, ніж на 0,1 мл. Під час титрування електропровідність розчину змінюється не тільки унаслідок заміни іонів з однією рухливістю іонами з іншою рухливістю, а й в результаті розбавлення розчину. Для запобігання цього концентрація титранту повинна бути на порядок більша за концентрацію розчину, що титрують.

Для знаходження точки еквівалентності користуються графічним методом. Для цього будують графік, на осі абсцис якого відкладають об'єм розчину лугу відомої концентрації (титранту), а на вісі ординат - електропровідність досліджуваного розчину. На першій стадії титрування електропровідність лінійно знижується при додаванні у розчин титранту, а після проходження точки еквівалентності лінійно зростає. Еквівалентну точку знаходять методом екстраполяції – подовженням прямих до їх перетинання. Техніка знаходження еквівалентної точки графічним методом наведена на Рис. 2.

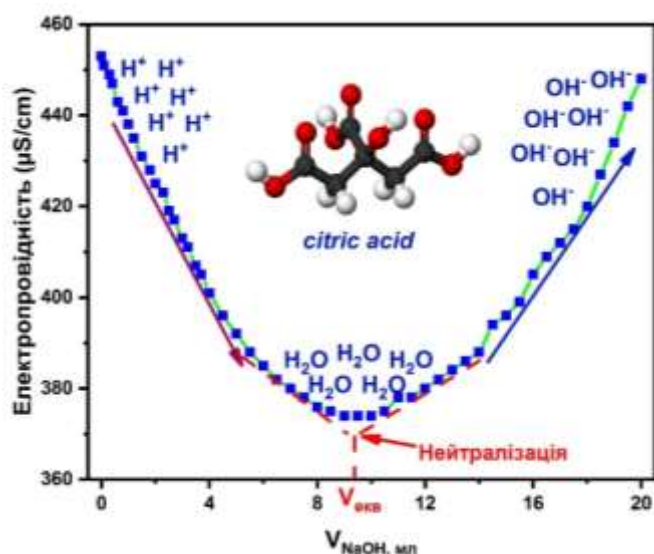


Рис.2. Визначення точки еквівалентності під час кондуктометричного титрування кислоти розчином лугу.

Кислотність плодово-ягідної сировини визначається вмістом в ній харчових кислот, а саме винної, лимонної, щавлевої, яблучної. Що стосується цитрусової сировини, то у мандаринах, лимонах та апельсинах основною і практично єдиною харчовою кислотою є лимонна. Сумарний вміст всіх других кислот не перевищує 1% від вмісту в цих плодах лимонної кислоти. Таким чином визначення загальної кислотності цитрусової сировини та відповідних соків на її основі фактично визначає визначення вмісту лимонної кислоти. Методика визначення ґрунтується на екстракції лимонної кислоти плодово-ягідної сировини і наступному кондуктометричному титруванні водного екстракту розчином натрій гідроксидом.

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. Визначення вмісту лимонної кислоти у лимоні та лаймі.

У порцеляновій чашці на аналітичних вагах зважують наважку подрібненої і відокремленої від кісточок досліджуваної сировини. Маса наважки має бути в інтервалі 50 ... 100 г. Пробу кількісно переносять у мірну колбу об'ємом 500 мл. Залишки соку и мезги у чашці ретельно змивають дистильованою водою в мірну колбу, яку поміщають на 2 години у термостат, нагрітий до температури $80 \pm 1^\circ\text{C}$. Після охолодження до кімнатної температури розчин доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і фільтрують. Піпеткою відбирають 50 мл прозорого фільтрату, поміщають його в кондуктометричну комірку і при безперервному перемішуванні титрують 0,1 М розчином натрій гідроксиду. Після додання кожної порції титранту, об'єм якого повинен знаходитися в інтервалі 0,1 ... 0,5 мл, реєструють покази кондуктометра. Далі будують криву кондуктометричного титрування в координатах «W - V_{NaOH} ». За згином на графіку знаходять об'єм NaOH, що пішов на титрування лимонної кислоти (Рис.2). Вміст лимонної кислоти у досліджуваних зразках рослинної сировини розраховують за формулою:

$$\omega = \frac{0,007 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 100}{V_3 \cdot m}, \quad (1)$$

де ω - вміст лимонної кислоти у досліджуваній сировині, мас. %; V_1 - об'єм мірної колби, мл; V_2 - об'єм розчину NaOH, що пішов на титрування, мл; V_3 -

об'єм фільтрату, взятий для титрування, мл; m - маса наважки сировини, г; 0,007-титр розчину NaOH за лимонною кислотою, г/мл. Отримані результати заносять до табл. 1.

2. Визначення вмісту лимонної кислоти у апельсині та грейпфруті.

У порцеляновій чашці на аналітичних вагах зважують наважку подрібненої і відокремленої від кісточок досліджуваної сировини. Маса наважки має бути в інтервалі 50 ... 100 г. Пробу кількісно переносять у мірну колбу об'ємом 500 мл. Залишки соку и мезги у чашці ретельно змивають дистильованою водою в мірну колбу, яку поміщають на 2 години у термостат, нагрітий до температури $80 \pm 1^\circ\text{C}$. Після охолодження до кімнатної температури розчин доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і фільтрують. Піпеткою відбирають 50 мл прозорого фільтрату, поміщають його в кондуктометричну комірку, додають 5 мл 0,1 М HCl і при безперервному перемішуванні титрують 0,1 М розчином натрій гідроксиду. Після додання кожної порції титранту, об'єм якого повинен знаходитися в інтервалі 0,1 ... 0,5 мл, реєструють покази кондуктометра. Далі будують криву кондуктометричного титрування в координатах «W - V_{NaOH} ». За згинами на графіку знаходять об'єми V_1 і V_2 (NaOH), що потратили на титрування лимонної кислоти (Рис.3).

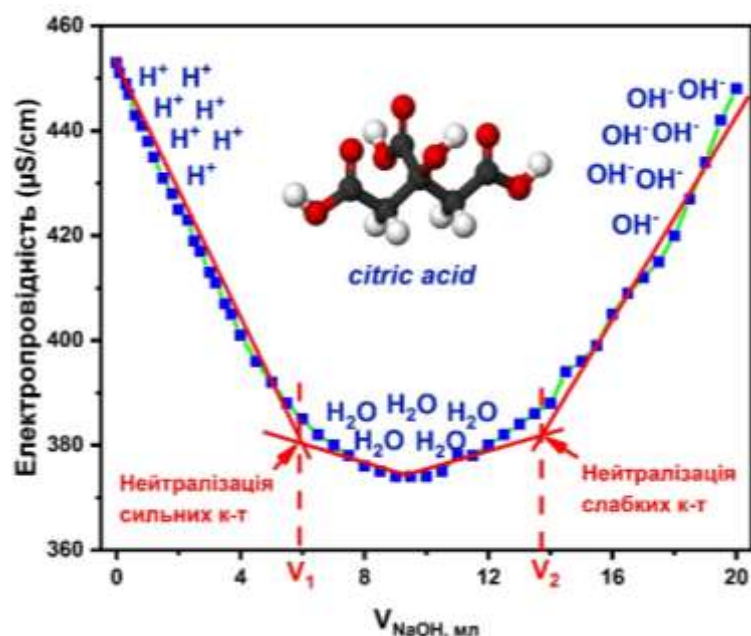


Рис.3. Визначення точки еквівалентності під час кондуктометричного титрування розчину кислот розчином лугу.

Вміст лимонної кислоти у досліджуваних зразках рослинної сировини розраховують за формулою:

$$\omega = \frac{0,007 \cdot (V_2 - V_1) \cdot V_3 \cdot 100}{V_4 \cdot m}, \quad (2)$$

де ω - вміст лимонної кислоти у досліджуваній сировині, мас. %; V_1 - об'єм розчину NaOH, що пішов на титрування, сильних кислот, мл; V_2 - об'єм розчину NaOH, що пішов на титрування, слабких кислот, мл; V_3 - об'єм мірної колби, мл; V_4 - об'єм фільтрату, взятий для титрування, мл; m - маса наважки сировини, г; 0,007 - титр розчину NaOH за лимонною кислотою, г/мл. Отримані результати заносять до табл. 1.

Таблиця 1

№ з/п	Досліджуваний продукт	V_{NaOH}	ω , мас. %

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. У чому полягає суть методу кондуктометричного титрування?
2. Які переваги даного методу, порівняно з індикаторним титруванням?
3. Що називають рухливістю йона?
4. Від яких факторів залежить величина питомої та еквівалентної провідності розчинів?
5. Чим зумовлена висока рухливість йонів гідроксонію та гідроксилу, порівняно з іншими йонами?