**Лабораторна робота № 3**

***Тема: Визначення вмісту нітритів у ковбасних виробах.***

***Мета:*** *оволодіти методикою визначення вмісту нітритів у ковбасі*.

*Обладнання, посуд, реактиви:*

1) фотоелектроколориметр (спектрофотометр);

2) м’ясорубка;

3) ваги технохімічні з важками;

4) водяна баня;

5) колби мірні на 100, 200, 250, 500 та 1000 мл;

6) воронки скляні;

7) піпетки скляні на 2,5,10 і 25 мл;

8) фільтри знезолені паперові;

9) жовта кров’яна сіль (залізистосинеродистий калій);

10) ацетат цинку;

11) кислота оцтова льодяна;

12) натрій тетраборнокислий;

13) нітрит натрію;

14) кислота хлорид на щільність 1,19 г/см3;

15) амід сульфанілової кислоти;

16) *n*-(1-нафтил)- етилендиамін дигідрохлорид;

17) дистильована вода;

18) розчини для осадження білків.

**Реактив Карреза 1:** 106 г жовтої кров’яної солі розчиняють у дистильованій воді та доводять об’єм розчину до 1000 мл. Реактив зберігають у темному скляному посуді не більше місяця.

**Реактив Карреза 2:** 220 г ацетату цинку та 30 мл льодяної оцтової кислоти розчиняють у дистильованій воді та доводять об’єм до 1000 мл. Реактив зберігають не більше місяця.

**Насичений розчин бури:** 50 г тетраборнокислого натрію розчиняють у 1000 мл теплої дистильованої води та охолоджують до 18-22˚С.

Розчини для проведення кольорової реакції:

**Розчин 1:** 2 г сульфаніламіду розчиняють у 800 мл води при нагріванні на водяній бані. Розчин охолоджують, фільтрують, додають при перемішуванні 100 мл концентрованої соляної кислоти та доводять об’єм до 1000 мл.

**Розчин 2:** 400 мл води та 445мл концентрованої соляної кислоти вносять до мірної колби на 1000 мл і доводять до мітки водою, перемішуючи.

**Розчин 3:** 0,25 г *n*-(1-нафтил)етилендіамін дигідрохлориду розчиняють у воді та доводять до 250 мл. Розчин зберігають у скляному темному посуді у холодильнику не більше місяця.

**Основний розчин нітриту натрію:** 1 г нітриту натрію розчиняють у воді, переносять до мірної колби на 500 мл, доводять водою до мітки та перемішують.

**Робочий розчин:** 25 мл основного розчину переносять до мірної колби на 1000 мл, доводять водою до мітки та перемішують.

**Стандартні розчини нітриту натрію:**

2, 5 і 10мл робочого розчину піпеткою вносять у три мірні колби на 100 мл доводять до мітки та перемішують. Отриманні стандартні розчини містять у 1 мл відповідно 1,0; 2,5;5,0 мкг нітриту натрію. Стандартні розчини нестійкі, їх потрібно готувати безпосередньо перед побудовою градуювального графіка.

**Побудова градуювального графіка.**

1. У 4 мірні колби на 100 мл піпеткою вносять: у 1 для приготування контрольного розчину 10 мл води, а в інші – по 10 мл стандартних розчинів, які містять 1,0; 2,5 та 5,0 мкг нітриту натрію в 1мл розчину.
2. У кожну колбу додають по 50 мл води, 10 мл **розчину 1** та 6 мл **розчину 2** для проведення кольорової реакції. Розчини в колбах перемішують і витримують у темному місці 5 хвилин. Додають 2 мл **розчину 3** для проведення кольорової реакції, перемішують і витримують у темному місці при 18-22˚С 3 хвилини. Розчини в колбах доводять водою до мітки та перемішують.
3. Вимірюють інтенсивність червоного забарвлення на спектрофотометрі при довжині хвилі 538 нм або фотоелектроколориметрі із зеленим світлофільтром у кюветі з товщиною шару, що поглинає світло 1 см у відношенні контрольного розчину.
4. За отриманими середніми даними із трьох стандартних розчинів будують на міліметровому папері розміром 25х25 см градуювальний графік. На осі абсцис відкладають концентрацію нітриту натрію (у мікрограмах 1мл забарвленого розчину), на осі ординат – відповідну оптичну щільність.

**Хід визначення нітритів.**

У мірну колбі на 200 мл поміщають 10 г підготованої до аналізу проби, додають 5 мл насиченого розчину бури та 100 мл води температури 73-77˚С. Колбу із вмістом нагрівають на киплячій водяній бані протягом 15 хвилин, періодично струшуючи, потім охолоджують до 18-22˚С і, ретельно перемішуючи, послідовно додають по 2 мл реактиву Карреза 1 і 2, доводять до мітки та витримують 30 хв при 18-22˚С. Потім вміст колби фільтрують через складчастий фільтр. Отриманий фільтрат вносять у кількості не більше 10 мл піпеткою у мірну колбу на 100 мл, проводять кольорову реакцію та фотометрирування. Паралельно ставлять контрольний дослід на реактиви, поміщаючи у мірну колбу на 200 мл замість 10 г проби 10 мл води.

Вміст нітриту (у міліграмах на 100 г продукту) розраховують за формулою:

**Х= *с·200•100•100*,**

**m•v•*1000 ,***

де *с* – вміст нітриту в 1 мл забарвленого розчину, знайдений за градуювальним графіком у мікрограмах;

*m –* наважка продукту, в грамах;

*1000* - перевод у міліграми;

*v –* кількість фільтрату, взята для фотометричного вимірювання, у міліграмах.

За кінцевий результат приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень і розраховують з точністю до 0,1 мг у 100 г продуктів.

Зробити висновки до роботи.

**Лабораторна робота № 4**

***Тема: іонометричний метод визначення вмісту нітратів у продукції рослинництва.***

***Мета:*** *визначити вміст нітратів в свіжих овощах іонометричним методом.*

**Обладнання**: рН-метр-іономір «Експерт-001»; хімічні стакани на 50 та 100мл; піпетки; циліндри; мірні колби на 100 мл; механічна терка; кристалізатор; ніж; терези; магнітна мішалка.

**Матеріали та реактиви:** 1% розчин алюмокалієвих галунів; 0,1 М розчин натрію нітрату.

**Контрольні запитання:**

1. Які особливості мають іоноселективні мембрані електроди?
2. Які види мембраних іоноселективних електродів ви знаєте?
3. Яке рівняння для визначення потенціалу будь-якого мембранного електроду може бути застосовано?
4. Що таке коефіцієнт селективності і яке фізичне значення він має у випадку, наприклад, твердих кристалічних електродів, гетерогенних мембраних на основі малорозчинних сполук або рідких мембраних електродів?
5. Яке електрохімічне коло створюється для визначення нітратів іонометричним методом?

**Завдання до роботи:**

1. Визначити вміст нітрат-іонів за допомогою іонселективного електроду.
2. Порівняти визначені концентрації нітратів в різних видах рослинницької продукції з ГДК вмісту нітратів.

**Експериментальна частина**

Іонометричний метод визначення вмісту нітратів у продукції рослинництва заснований на вимірюванні активності нітрат-іона іонселективним електродом у сольовій суспензії 1% розчину алюмокалієвих галунів при співвідношенні проби і розчину галунів 1:5.

**Підготовка до аналізу**

1. **Приготування екстрагую чого розчину**

Зважити 10г алюмокалієвих галунів з погрішністю 0,1г і розчинити в дистильованій воді. Довести об’єм розчину до 1 літру.

1. **Приготування екстрагуючого розчину для визначення нітратів в капусті, редисці, редькі.**

Зважити 10г алюмокалієвих галунів і перенести в мірну колбу на 1 літр, розчинити в дистильованій воді. Потім зважити 1г марганцевокислого калію (точність зважування 0,01г) і помістити в ту ж саму колбу,куди ще добавити 0,6мл концентрованої сірчаної кислоти. Одержану суміш збовтати до розчинення всих інгредієнтів, розчин довести до мітки дистильованою водою і зберігати в склянці з притертим корком не більше 1 року.

1. **Підготовка іономеру до роботи**

Підготовити до роботи мембраний нітратний іон селективний електрод згідно паспорту до цього електроду.Провести градуіровку іономіру по калібрувальним розчинам калію нітрату в одиницях рСNO3- - згідно інструкції з експлуатації приладу.

**Проведення аналізу сирого рослинного матеріалу**

Проби для аналіза подрібнити за допомогою механічної терки, гомогенізатора, зелені культури різати ножицями, ножом або за допомогою м’ясорубки. Зважити 10г подрібненого матеріалу з точністю до 0,01г , помістити в стакан, залити 50мл 1% розчину алюмокалієвих галунів і перемішувати періодично на протязі 3 хвилин.В одержаній суспензії виміряти концентрацію нітрат-іону. При аналізі таких рослин як капуста, редька, редиска, 10,0г подрібненого матеріала залити 50мл спец.підготовленого екстрагую чого розчину (див.п. 2), перемішати, добавити по краплям (2-3кр.) 33% розчин пероксиду водню для знебарвлення суспензії і виміряти концентрацію нітрат-іону.

При проведенні іонометричних вимірів помістіть підготовлені електроди в аналізує мий розчин. Переконайтесь, що на дисплеї відображено: **Вибір режиму рН-метр-іономір**. Натисніть кнопку **Ф1** та кнопками ←і→ підберіть назву продукту, в якому буде проводитись вимірювання нітратів:

* картопля (в цьому режимі також досліджується буряк, цибуля, виноград);
* капуста (також досліджується морква, помідори, огірки, зелена цибуля, дині, кавуни, гарбузи, кабачки, зелені культури,яблука, груші);
* сік картоплі (такж в цьому режимі сік зеленої цибулі);
* сік буряка (сік моркви);
* сік капусти (сік перцю солодкого, сік винограду);
* сік огірка (сік томатів, кабачків, дині, кавуна, гарбуза, яблук,груш).

Ці продукти рослинництва об’єднані в групи з урахуванням середнього вмісту вологи.

На дисплеї зявиться відповідний напис, наприклад: **Нітрати Сік буряка.** Натиснути кнопку **Вимір.** Почнеться вимірювання і відображення виміряної концентрації нітрат-іону в аналізує мій пробі в мг/кг, наприклад: **Сік буряка 21,6 мг/кг.** Показники з приладу переписати тоді, коли вони перестануть змінюватись (30-60 сек.). На цьому прцес вимірювання завершений. Для вимірювання вмісту нітратів у наступній пробі достатньо витягнути електроди зі стакану, промити їх дистилятом, висушити фільтрувальним папером і опустити в наступний зразок.

Для виходу з режиму вимірювань натисніть кнопку **Відміна**. Після закінчення вимірювань виключіть прилад, натиснувши кнопку **Відкл.**

Одержані результати занесіть у таблицю.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № | Вид продукції | Вміст нітратів, мг/кг | ГДК |
|  |  |  |  |

Зробіть висновки до роботи.