

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Солоненко Анна Александровна
Должность: Директор
Дата подписания: 27.09.2024 г. 16:16
Уникальный программный ключ:
d9ba9a2cd160a14af047fb47bab627f86050e51



Дмитровский рыбохозяйственный технологический институт (филиал)
федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего образования «Астраханский государственный
технический университет»
(ДРТИ ФГБОУ ВО «АГТУ»)

Система менеджмента качества в области образования, воспитания, науки и инноваций сертифицирована DQS
по международному стандарту ISO 9001:2015

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
по дисциплине
«Органическая и биологическая химия»
для студентов специальности 19.02.06
«Технология консервов и пищевых концентратов»
(базовая подготовка)

п. Рыбное, Дмитровский р-н, Московская обл.

2019

Авторы: преподаватель высшей квалификационной категории Гуськова Л. М.
преподаватель Кутянина Т. А.

Рецензент: доцент кафедры «Технология продуктов питания и холодильная техника» ДРТИ ФГБОУ ВО «АГТУ» Лукина Т. М.

Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Органическая и биологическая химия» для студентов специальности 19.02.06 «Технология консервов и пищевых концентратов» (базовая подготовка) [Электронный ресурс]. – Рыбное, 2019. – 36 с. - Режим доступа: <http://portal-drti.ru>

Утверждены на заседании цикловой комиссии общепрофессиональных технологических дисциплин и профессиональных модулей, протокол № 1 от 30 августа 2019 г.

© Дмитровский рыбохозяйственный технологический институт (филиал) ФГБОУ ВО «Астраханский государственный технический университет»

РАЗДЕЛ 1. ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Тема 1.1. Углеводороды.

Лабораторная работа №1.

Обнаружение водорода, углерода, хлора в органических соединениях.

Цель: научиться осуществлять качественный анализ органических веществ, совершенствовать навыки работ с лабораторным оборудованием.

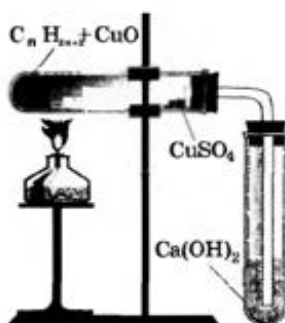
Оборудование: лабораторный штатив, пробирки, пробка с газоотводной пробкой, спиртовая горелка.

Реактивы: CuO, C₂₃H₄₈ (парафин), CuSO₄ безводный, Ca(OH)₂, CCl₄, медная проволока.

Ход работы

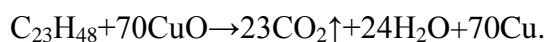
1. Ознакомиться с правилами техники безопасности.
2. Обнаружение водорода и углерода.

Смесь парафина и CuO поместить в пробирку. Безводный CuSO₄ внести ближе к отверстию. Закрепить пробирку с содержимым в горизонтальном положении. Пробирку закрыть пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустить во вторую пробирку с Ca(OH)₂. Содержимое первой пробирки нагреть.

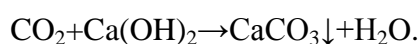


Парафин окисляется в присутствии оксида меди (II).

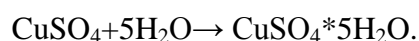
При этом углерод превращается в углекислый газ, а водород - в воду:



Выделяющийся углекислый газ взаимодействует с гидроксидом кальция, что вызывает помутнение известковой воды, вследствие образования нерастворимого карбоната кальция:



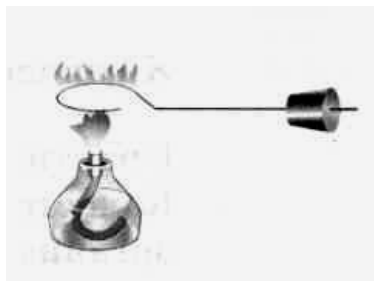
Безводный сульфат меди (II) приобретает голубую окраску при взаимодействии с водой, в результате чего образуется кристаллогидрат:



По продуктам окисления парафина CO_2 и H_2O установили, что в его состав входит углерод и водород.

3. Качественное определение хлора в молекулах галогенпроизводных углеводородов.

Конец медной проволоки согнуть в виде спирали и прокалить в пламени горелки до исчезновения окраски пламени. Затем охладить спираль, нанести на нее каплю тетрахлорметана и снова внести в пламя.



Пламя окрашивается в изумрудно-зеленый цвет.

Данная реакция является качественной для определения хлора в органических соединениях.

4. Сделать заключение по работе.

Лабораторная работа №2.

Получение метана и изучение его свойств.

Цель: отработать методику получения метана и изучить его свойства.

Реактивы и материалы: натриевая соль этановой кислоты обезвоженная (ацетат натрия) – CH_3COONa ; смесь гидроксидов натрия (NaOH) и кальция (Ca(OH)_2) – натронная известь сухая; насыщенный раствор Br_2 (бромная вода); перманганат калия KMnO_4 , 1Н; жидкие алканы: гептан C_7H_{16} и гексан C_6H_{14} ; раствор брома (Br_2) в бензоле (C_6H_6); гидроксид аммония (NH_4OH), 25% раствор; лакмусовая синяя или универсальная индикаторная бумага; серная кислота H_2SO_4 .

Оборудование: газоотводная трубка, штатив с пробирками, физический штатив, спиртовка, стеклянная палочка, вытяжной шкаф, держатели.

Опыты проводят в вытяжном шкафу!

Опыт №1. Получение метана и его горение

В сухую пробирку, снабжённую пробкой с газоотводной трубкой, помещают смесь из обезвоженной натриевой соли этановой кислоты и натронной извести (1:2, высота слоя 6-10 мм). Затем укрепляют пробирку горизонтально и нагревают смесь в пламени горелки.

ки. Поджигают выделяющийся газообразный метан у конца газоотводной трубки. Метан горит голубоватым несветящимся пламенем.

При нагревании натриевой соли уксусной кислоты с натронной известью происходит расщепление соли с образованием метана.

Опыт №2. Отношение метана к бромной воде и перманганату калия

Во вторую пробирку помещают 5 капель раствора перманганата калия, а в третью пробирку 3-5 капель бромной воды. Не прекращая нагревания смеси в первой пробирке, вводят поочередно конец газоотводной трубки во вторую и третью пробирки. Обесцвечивания растворов перманганата калия и бромной воды не происходит. В обычных условиях алканы устойчивы к действию окислителей. Реакции замещения у них идут в довольно жестких условиях, к реакциям присоединения не способны.

Опыт №3. Бромирование предельных углеводородов

В сухую пробирку помещают 4 капли смеси жидких алканов и добавляют 1-2 капли раствора брома. Содержимое пробирки перемешивают на холоду. Окраска брома при этом не исчезает. Нагревают содержимое пробирки до исчезновения окраски. В отверстие пробирки вносят стеклянную палочку, смоченную раствором гидроксида аммония, при этом появляется белый дымок бромида аммония NH_4Br . Пинцетом вносят в пробирку синюю лакмусовую бумагу, смоченную водой (бумага краснеет).

Реакция бромирования жидких алканов, сопровождается выделением бромоводорода и проходит значительно медленнее бромирования газообразных алканов. Бромирование ускоряется при вводе катализаторов (например, железных опилок). Легче всего галогенируются УВД с третичным атомом углерода в молекуле, труднее всего замещается водород при первичном атоме углерода.

Опыт №4 Действие концентрированной серной кислоты на алканы

В пробирку помещают 2 капли жидкого алкана и 2 капли серной кислоты. Содержимое пробирки энергично перемешивают в течение 1-2 минут, охлаждая пробирку холодной водой. В условиях опыта алканы с серной кислотой не реагируют.

При небольшом нагревании дымящая серная кислота образует с алканами, содержащими третичный атом углерода, сульфокислоты. При высоких температурах серная кислота действует как окислитель.

Лабораторная работа №3.

Получение и свойства непредельных углеводородов.

Цель работы: Закрепление теоретических знаний об углеводородах, их строении, получении и химических свойствах. Формирование навыков лабораторного эксперимента.

Оборудование и реактивы: штатив с пробирками, пробиркодержатель, пробка с газоотводной трубкой, спиртовка, спички; парафин ($\text{C}_{17}\text{H}_{36}$), растворы кислоты (HCl), щелочи (NaOH), окислителей – перманганат калия (KMnO_4) и бромная вода (Br_2), смесь этилового спирта ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) с серной кислотой (H_2SO_4) конц., прокаленный песок, карбид кальция (CaC_2), вода (H_2O).

Ход работы.

1. Свойства предельных углеводородов.

В пробирки с растворами кислоты (HCl), щелочи (NaOH) и окислителя (KMnO_4) опустите по кусочку парафина. *Что наблюдаете?* Запишите уравнения реакций и сделайте вывод о свойствах предельных углеводородов по отношению к данным

реактивам. Поднесите зажженную спичку к парафину (свечке) – что происходит? Напишите уравнение реакции горения парафина.

2. Получение и свойства этилена.

а) В пробирку налейте немного этилового спирта, осторожно добавьте концентрированной серной кислоты. Затем всыпьте немного прокаленного песка во избежание толчков жидкости при кипении. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой, закрепите в пробиркодержателе и нагревайте. Напишите уравнение реакции получения этилена.

б) В пробирку налейте 3 мл бромной воды, опустите газоотводную трубку до дна пробирки с бромной водой и через нее пропустите газ этилен. *Что наблюдаете?* Запишите уравнение реакции взаимодействия этилена с бромной водой.

в) В пробирку налейте 3 мл разбавленного раствора KMnO_4 , пропустите через него газ этилен аналогично предыдущему опыту. *Что наблюдаете?* Запишите уравнение реакции окисления этилена раствором перманганата калия.

г) поднесите зажженную спичку к отверстию газоотводной трубки. *Что наблюдаете?* Напишите уравнение реакции горения этилена.

Сделайте вывод о химических свойствах непредельных углеводородов на примере этилена.

3. Получение и свойства ацетилена.

а) Кусочек карбида кальция поместите в пробирку, прилейте воду и сразу закройте отверстие пробирки газоотводной трубкой. Напишите уравнение реакции получения ацетилена.

б) Проведите аналогичные опыты ацетилена с окислителями (бромной водой и перманганатом калия), затем подожгите выделяющийся газ. *Что наблюдаете?* Запишите уравнение реакции взаимодействия ацетилена с бромной водой, перманганатом калия и кислородом.

Сделайте вывод о химических свойствах алкинов на примере ацетилена и сравните их с химическими свойствами алкенов на примере этилена, обратив внимание на скорость реакций.

Лабораторная работа №4. Исследования свойств аренов.

Цель работы: изучить физические и химические свойства бензола и толуола. Подтвердить опытным путем влияние радикала на химические свойства аренов. Совершенствовать навыки экспериментальной работы. Развивать умения наблюдать, сравнивать, делать выводы.

Оборудование: штатив с пробирками, водяная баня.

Реактивы: бензол, толуол, бромная вода, 1%-ный раствор перманганата калия, 0,1%-ный раствор перманганата калия с содой, 10%-ный раствор брома в тетрахлориде углерода, обезжиренные железные опилки.

Ход работы

Опыт №1. Действие на бензол бромной воды и перманганата калия

В две пробирки налейте по 0,5 мл бензола. В одну пробирку прилейте 1 мл бромной воды, в другую – 1 мл 1 %-ного раствора перманганата калия. Содержимое пробирок энергично взболтайте. Происходит ли изменение цвета в пробирках? Произошла ли химическая реакция?

Опыт №2. Окисление толуола

В пробирку поместите смесь 0,5 мл толуола и 0,5 мл 0,1%-ного раствора перманганата калия с содой. Смесь при взбалтывании нагрейте на водяной бане. Розовая окраска раствора постепенно исчезает, превращаясь в бурую. Какие продукты образуются в результате этой реакции?

Опыт №3. Получение бромбензола (опыт проводят в вытяжном шкафу!)

В пробирку с 1 мл бензола прибавьте 1 мл 10 %-ного раствора брома в тетрахлориде углерода, внесите на кончике ножа немного обезжиренных железных опилок. Смесь нагрейте на кипящей водяной бане в течение 5 мин., а затем содержимое пробирки слейте в стакан с водой. Бромбензол собирается на дне стакана в виде тяжелого маслообразного продукта.

Опыт №4. Горение бензола

Стеклянную палочку обмакните в бензол и внесите в пламя горелки. Бензол воспламеняется и горит сильно коптящим пламенем. Почему? Сделайте расчеты и сравните с горением метана и ацетилена.

Контрольные вопросы

1. Запишите уравнения реакций бромирования для толуола:
 - а) на свету;
 - б) в присутствии катализатора железа.
2. Запишите уравнение реакции получения тротила (тринитротолуола). Укажите условия проведения реакции.
3. Запишите уравнения реакций получения пропилбензола реакциями:
 - а) Вюрца – Фиттига;
 - б) Фриделя – Крафтса.
4. Напишите возможные изомеры для пропилбензола. Для двузамещенного изомера покажите орто-, мета-, пара-положения. Дайте названия всем веществам.
5. Напишите структурные формулы всех возможных изомеров ароматического соединения с общей формулой C_8H_9Cl . Дайте названия всем веществам.
6. Осуществите цепочку превращений, укажите условия проведения реакций:

метан → **ацетилен** → **бензол** → **толуол** → **трихлортолуол**

↓

оксид углерода (4)

Тема 1.2. Функциональные производные углеводов.

Лабораторная работа №5.

Свойства спиртов (одноатомных и многоатомных).

Цель: изучить некоторые физические и химические свойства предельных одноатомных и многоатомных спиртов.

Реактивы и материалы: спирты: этиловый; глицерин; металлический натрий; сульфата меди (II); оксид меди (II); медная проволока; лучина; пробирки; фарфоровая чашка; прибор для окисления спирта.

Оборудование: набор пробирок, пробка с газоотводной трубкой, стаканчик, пипетка, спиртовка.

Ход работы.

Опыт 1. Изучение физических свойств одно- и многоатомных спиртов.

1. Растворимость спиртов в воде.

В пробирку налейте несколько миллилитров этилового спирта и прибавьте к нему подкрашенную воду.

Запишите свои наблюдения и сделайте вывод о растворимости одноатомных спиртов.

2. Изучение физических свойств глицерина.

В пробирку налейте 0,5 мл воды, добавьте 0,5 мл глицерина, перемешайте. Раствор глицерина не выливать!

Запишите свои наблюдения и сделайте вывод о растворимости глицерина в воде.

Опыт 2. Взаимодействие этилового спирта с металлическим натрием.

Приготовьте пробирку с этанолом и опустите в неё кусочек металлического натрия.

Запишите свои наблюдения, уравнение соответствующей реакции и сделайте вывод.

Опыт 3. Взаимодействие глицерина с металлическим натрием.

В пробирку с глицерином бросьте кусочек натрия. Пробирку слегка подогрейте. Выделяющийся водород можно поджечь.

Запишите наблюдения, уравнение соответствующей реакции и сделайте вывод о скорости протекания реакции.

Опыт 4. Горение спиртов.

Налейте немного этилового спирта в фарфоровую чашку. Поднесите к ней горящую лучину.

Запишите свои наблюдения и уравнение реакции горения этанола.

Опыт 5. Окисление этилового спирта оксидом меди (II). (Качественное определение этанола).

1-й способ. В сухую пробирку налейте приблизительно 1 мл этанола. Раскалите медную спираль в и быстро опустите спираль в пробирку со спиртом, выньте и, не нагревая ее, снова опустите в пары спирта. Осторожно понюхайте содержимое пробирки, направляя поток воздуха к себе рукой.

Запишите наблюдения и уравнения соответствующих реакций.

2-й способ. В прибор для окисления спиртов налейте немного этилового спирта. Присоедините к газоотводной трубке прибор для подачи воздуха. Раскалите в горелке медную спираль и поместите ее в прибор. Подавайте в прибор ток воздуха. Медная спираль в приборе продолжает быть раскаленной, так как начинается окисление спирта.

Запишите свои наблюдения и уравнение соответствующей реакции.

Опыт 6. Качественная реакция на глицерин.

В пробирку налейте 2 мл раствора гидроксида натрия и добавьте к нему немного раствора сульфата меди(II). К осадку прилейте раствор глицерина, который вы получили в первом опыте, перемешайте.

Запишите свои наблюдения и уравнения соответствующих реакций.

Контрольные вопросы:

1. Сделайте вывод о растворимости в воде одно- и многоатомных спиртов.
2. Как в лабораторных условиях можно доказать наличие этанола?

3. Как в лабораторных условиях можно определить глицерин?

Сделайте общий вывод.

Лабораторная работа №6. Свойства фенола.

Цель работы: изучить некоторые физические и химические свойства фенолов. Оценить взаимное влияние гидроксильной группы и бензольного ядра. Получить лабораторным способом салициловую кислоту. Отметить качественные реакции на фенолы.

Реактивы и материалы: фенол, пирокатехин, резорцин; гидрохинон, пирогаллол, β -нафтол; ацетилсалициловая кислота; концентрированные кислоты: азотная, хлороводородная и серная; 2 н раствор гидроксида натрия; 10%-ный раствор брома в четыреххлористом углероде; бромная вода; 40%-ный раствор формальдегида; 1%-ный раствор хлорида железа (III); 5%-ный раствор бромата калия; этанол; 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина; синяя лакмусовая бумага. Оборудование: набор пробирок, пробка с газоотводной трубкой, спиртовка, водяная баня, предметное стекло, фарфоровая чашка.

Обратите внимание! При работе с фенолом нельзя допускать его попадания на кожу, он вызывает ожоги. Если это случилось, необходимо промыть пораженное место обильно теплой водой. После выполнения опытов содержимое всех пробирок выливают только в специальный слив. Хорошо промойте пробирки.

Опыт 1. Растворимость фенола в воде, образование и разложение фенолята натрия.

В пробирку помещают несколько кристаллов фенола и 2 мл воды. Пробирку закрывают пробкой и энергично встряхивают.

Осторожно нагревают содержимое пробирки, а затем снова охлаждают.

В пробирку вносят 2–3 капли раствора гидроксида натрия и каплю фенолфталеина. К содержимому пробирки добавляют при встряхивании по каплям раствор фенола до исчезновения окраски. Полученный раствор разделяют на две части и к одной из них (для сравнения) добавляют 2 капли раствора соляной кислоты.

Аналогичные опыты проводят с другими фенолами: β -нафтолом, резорцином.

Вопросы и задания

1. Сделайте вывод о зависимости растворимости фенола в воде от температуры.
2. Что при расслоении представляют собой верхний и нижний слои?
3. Объясните наблюдаемые явления при добавлении растворов щелочи и соляной кислоты. Напишите уравнения реакций.
4. Охарактеризуйте кислотные свойства фенолов в ряду: фенол, β -нафтол, резорцин.
5. Сравните отношение фенолов и спиртов к щелочам? В чем отличие? Почему?

Опыт 2. Бромирование фенола

В сухую пробирку помещают несколько кристаллов фенола и приливают 0,5 мл раствора брома в четыреххлористом углероде.

К отверстию пробирки подносят влажную лакмусовую бумагу. В пробирку помещают несколько кристаллов фенола и 2 мл воды и добавляют к эмульсии несколько капель бромной воды при постоянном встряхивании до образования осадка.

Вопросы и задания

1. Опишите наблюдаемые явления при взаимодействии фенола с раствором Br_2 в CCl_4 . Составьте уравнение реакции.
2. Что за вещество образуется в виде дыма? Что показывает индикатор?
3. Сравните условия бромирования фенола с бензолом, толуолом.
4. Какое вещество выпадает в осадок (какого цвета?) при взаимодействии раствора фенола с бромной водой? Напишите соответствующее уравнение реакции.

Опыт 3. Сульфирование фенола

В двух пробирках смешивают несколько кристаллов фенола с 2–3 каплями концентрированной серной кислоты и встряхивают их до растворения.

Одну из пробирок нагревают на кипящей водяной бане 2–3 минуты. Содержимое пробирок выливают в пробирки с 2 мл холодной воды (осторожно!).

Вопросы и задания

1. Опишите наблюдаемые явления. Объясните происходящее. Составьте уравнение реакции.
2. В какое положение идет замещение на сульфогруппу? К какому типу относится данная реакция?

Опыт 4. Нитрование фенола

Готовят нитрующий реагент, смешивая 0,5 мл концентрированной азотной кислоты с таким же объемом воды.

В другой пробирке растворяют несколько кристаллов фенола в 0,5 мл воды.

Разбавленную азотную кислоту по каплям при встряхивании и охлаждении приливают к раствору фенола.

Добавляют в пробирку еще 0,5 мл воды и закрывают ее пробкой с газоотводной трубкой. *Осторожно* нагревая содержимое пробирки до кипения, перегоняют часть жидкости с о-нитрофенолом в сухую чистую пробирку (не допускайте перебрасывания жидкости!). о-нитрофенол при охлаждении образует желтые кристаллы с характерным запахом горького миндаля. В реакционной пробирке остается п-изомер.

Вопросы и задания

1. Составьте уравнение реакции нитрования фенола.
2. Почему возможно разделение изомеров нитрофенолов? Чем это объясняется?
3. Сравните условия нитрования фенола и бензола.

Опыт 5. Получение фенолоформальдегидных смол

В пробирку помещают несколько кристаллов фенола и 1 мл раствора формальдегида. Смесь нагревают до растворения фенола.

Через 3 минуты к раствору добавляют 5 капель концентрированной соляной кислоты и продолжают нагревание до расслоения смеси.

Пробирку помещают в стакан с холодной водой. После образования четкой границы между слоями сливают воду и быстро выливают смолу на предметное стекло.

Испытывают образовавшуюся смолу на растворимость в спирте.

Небольшое количество смолы нагревают в фарфоровой чашке до затвердевания. Испытывают растворимость в спирте затвердевшей смолы.

Вопросы и задания

1. Какое строение полимера – линейное или сетчатое – имеет смола? Как называется полученная смола? Напишите схему ее образования.
2. Какой тип реакции лежит в основе получения смолы?
3. Какова растворимость в спирте полученной смолы до и после затвердевания?

Опыт 6. Получение *n*-хинона

В пробирку наливают 2 мл раствора бромата калия, прибавляют 1–2 капли раствора серной кислоты и 2 стеклянные лопатки гидрохинона.

Содержимое пробирки нагревают до 50°C, при этом гидрохинон переходит в раствор. Температура самопроизвольно повышается до 70–75°C, реакционная смесь темнеет.

Через 10–15 минут цвет массы изменяется, после чего ее охлаждают холодной водой.

Вопросы и задания

Составьте уравнение реакции. Укажите тип реакции. Какого цвета полученный продукт?

Опыт 7. Реакции фенолов с хлоридом железа (III)

В пробирку с 0,5 мл раствора фенола добавляют 2–3 капли раствора хлорида железа (III). Аналогичные опыты приводят с водными растворами пирокатехина, резорцина, гидрохинона, пирогаллола.

Вопросы и задания

1. Отметьте окраски полученных растворов.
2. Может ли указанная реакция быть качественной на фенолы?

Опыт 8. Гидролиз ацетилсалициловой кислоты

В двух пробирках растворяют несколько кристаллов ацетилсалициловой кислоты в 1 мл воды.

Одну из них осторожно доводят до кипения и кипятят в течение 1–2 минут. К растворам в обеих пробирках добавляют 2–3 капли раствора хлорида железа (III).

Вопросы и задания

1. Объясните изменения окраски при добавлении раствора хлорида железа (III).
2. Напишите уравнение реакции. К какому типу относится данная реакция?

В общем выводе о работе ответьте на следующие вопросы:

1. Сравните химические свойства и реакционную способность спиртов и фенолов.
2. Какие типы реакций характерны для фенолов? Каково взаимное влияние групп в феноле?
3. Каково отношение фенолов к окислителям?
4. Какие реакции можно считать качественными на фенолы?

Лабораторная работа №7. Получение и свойства альдегидов.

Цель: Изучить реакции окисления, характерные для альдегидов, научиться проводить качественные реакции на альдегиды; закрепить навыки работы с лабораторным оборудованием; развивать аккуратность через оформление навыков, наблюдательность,

Оборудование: нитрат серебра, сульфат меди (II), гидроксид натрия, раствор формалина, аммиачная вода, прибор для нагревания, пробирки.

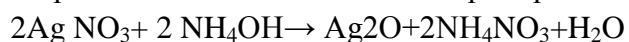
Правила техники безопасности:

1. Соблюдать правила пожарной безопасности при работе с сухим горючим.
2. Не пробовать реактивы на вкус.
3. Выполнять только опыты, предусмотренные работой.
4. При попадании реактивов на кожные покровы смыть большим количеством воды.

Ход работы

Опыт №1 Реакция серебряного зеркала

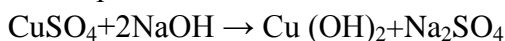
Поместить в пробирку 1 каплю 0,2н раствора нитрата серебра, прибавить 3-4 капли раствора аммиака до растворения образующегося осадка. Затем прибавить 1 каплю формалина (40% раствор метанола) и слегка нагреть до образования черного осадка свободного серебра или зеркального налета на стенках пробирки.



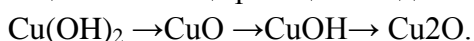
Напишите уравнение реакции «серебряного зеркала». Реакция серебряного зеркала является качественной реакцией на альдегиды.

Опыт №2 Окисление метанала гидроксидом меди (II)

В пробирку поместить 1 каплю формалина, 6 капель 2н раствора гидроксида натрия, 1 каплю 2н раствора сульфата меди(II). Полученный раствор нагрейте до кипения. В результате реакции выпадает осадок меди (I) кирпично-красного цвета.



1. Напишите уравнения реакций, протекающих при нагревании, помня, что образующийся в конце реакции осадок имеет состав



2. Составьте уравнение реакции взаимодействия ацетальдегида с гидроксидом меди (II).

3. Что общего у данного опыта с реакцией серебряного зеркала? Реакция с гидроксидом меди (II) является качественной реакцией

Сделайте общий вывод о проделанной работе.

Лабораторная работа №8. Свойства карбоновых кислот.

Цель: экспериментально обосновать сходство химических свойств органических и неорганических кислот; откорректировать практические умения с лабораторным оборудованием.

Оборудование: штатив с пробирками.

Реактивы: порошкообразный магний, гранулы цинка, индикаторы (фенолфталеин, лакмус), CH_3COOH , растворы NaOH и K_2CO_3 .

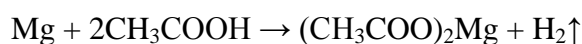
Ход работы

1. В пробирку прилить 1-2 мл уксусной кислоты и внести несколько капель лакмуса. Раствор в пробирке приобрел светло-розовый цвет. Лакмус показал ответ на кислую среду, уксусная кислота – слабая кислота, поэтому цвет раствора светло-розовый.

2. Взаимодействие уксусной кислоты с металлами.

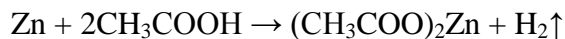
Во вторую пробирку с порошком магния прилить 1мл уксусной кислоты.

Наблюдать выделение газа, дать описание.



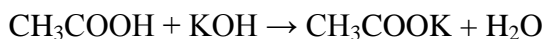
Металлы с карбоновыми кислотами реагируют также, как и с неорганическими кислотами. Так как восстановительная активность магния выше, чем цинка, то скорость реакции с магнием выше.

В третью пробирку с гранулой цинка прилить 1 мл уксусной кислоты. Наблюдать выделение газа, дать описание.



3. Взаимодействие уксусной кислоты с основаниями.

В четвертую пробирку с раствором щелочи прилить несколько капель фенолфталеина. Затем в пробирку с раствором прилить несколько капель уксусной кислоты. Наблюдать изменения окраски раствора, дать описание.



Уксусная кислота реагирует с основаниями как минеральные кислоты, образуя соль (ацетат) и воду. Такую реакцию называют – реакция нейтрализации.

4. Взаимодействие уксусной кислоты с солями.

В пятую пробирку с раствором уксусной кислоты внесите 1 г кристаллического карбоната калия.

При добавление карбоната калия к уксусной кислоте – выделился газ.



Уксусная кислота реагирует с солями слабых кислот (карбонатами) также как и неорганические кислоты, образуя соль (ацетат), углекислый газ и воду.

Сделайте общий вывод к работе.

Лабораторная работа №9.

Получение и свойства анилина.

Цель: получить анилин и идентифицировать его химическими методами, научиться получать анилин реакцией Зинина, проводить лигниновую пробу, проводить окисление анилина, осуществлять бромирование анилина, проводить ацилирование анилина, осуществлять анализ микрокристаллов при помощи микроскопа

Реактивы и оборудование: нитробензол, HCl (конц.), Zn, лигнин, K₂Cr₂O₇, 10% H₂SO₄, этанол, 10% NaOH, насыщенный раствор хлорной извести, бромная вода, уксусный ангидрид, микроскоп, предметные стекла, прибор для получения газа, пробирки, спиртовка, держатель для нагревания пробирок, кристаллизатор со льдом, фильтровальная бумага.

Опыт 1. Получение анилина.

Восстановление ароматических нитросоединений в амины носит название реакции Зинина (1842). Эта реакция лежит в основе промышленного синтеза ароматических аминов.

В пробирку поместите 2 капли нитробензола, прибавьте 5 капель концентрированной хлороводородной кислоты и маленькую гранулу металлического цинка. Пробирку энергично встряхивайте. Если реакция начнет замедляться, то слегка

подогрейте пробирку над пламенем горелки. Реакцию продолжайте до полного растворения цинка (для этого может быть придется прибавить еще 1—2 капли хлороводородной кислоты). Полученный раствор сохраните для опыта 2. В результате реакции исчезает маслянистый верхний слой нитробензола, который восстанавливается в анилин, хорошо растворимый в воде в виде соли с хлороводородной кислотой.

Напишите схему реакции восстановления нитробензола.

Напишите схему реакции, происходящей при добавлении в пробирку раствора гидроксида натрия. Прodelайте эту операцию экспериментально, взяв для этого часть раствора. По каким внешним признакам можно судить о выделении свободного анилина?

Опыт 2. Проба с лигнином.

В основе *лигниновой пробы* лежит реакция соединений, содержащих аминогруппу, с ароматическими альдегидами, выделяющимися при кислотном гидролизе лигнина, например сиреневым альдегидом (4-гидрокси-3,5-диметоксибен-зальдегидом). По 1 капле раствора анилинийхлорида, полученного в опыте 1, с помощью пипетки нанесите на кусочки газетной и фильтровальной бумаги. На газетной бумаге немедленно появляется желто-оранжевое пятно, что обусловлено присутствием большого количества лигнина. На фильтровальной бумаге, которая освобождена от лигнина и представляет собой чистую целлюлозу, окрашивание не возникает.

Опыт 3. Окисление.

С помощью пипетки на предметное стекло нанесите на расстоянии 1 см друг от друга дважды по 1 капле раствора анилинийхлорида. К первой капле добавьте 1 каплю 10%-го раствора дихромата калия и 1 каплю 10%-го раствора серной кислоты; ко второй капле — 1 каплю насыщенного раствора хлорной извести. При окислении хромовой смесью образуется нерастворимый в воде краситель — черный анилин; при окислении хлорной известью раствор приобретает фиолетовую окраску.

Опыт 4. Бромирование анилина.

Реакция бромирования первичных ароматических аминов протекает количественно и поэтому используется в анализе этих соединений.

В пробирку поместите 1 каплю анилина и 5—6 капель воды. Хорошо взболтайте содержимое пробирки и прибавьте несколько капель бромной воды до исчезновения желтого окрашивания раствора и появления белого осадка.

Напишите схему реакции получения триброманилина. По какому механизму она протекает?

Почему в отличие от бензола для бромирования анилина не нужен катализатор?

Опыт 5. Ацетилирование анилина.

В пробирку поместите 2 капли анилина и добавьте 4 капли уксусного ангидрида, наблюдается разогревание содержимого пробирки. Нагрейте смесь над пламенем горелки. После ее остывания добавьте 10 капель воды и энергично встряхните пробирку. Выделяются хорошо сформированные кристаллы. С помощью стеклянной палочки перенесите несколько кристаллов на предметное стекло. Рассмотрите кристаллы под микроскопом. Они имеют вид призматических пластинок. Осторожно декантируйте жидкость. Кристаллы высушите между листами фильтровальной бумаги и оставьте на некоторое время на воздухе.

Напишите схему реакции получения ацетанилида. Приведите механизм реакции ацетилирования анилина.

Какие функциональные производные уксусной кислоты можно использовать для ацетилирования анилина?

Тема 1.3. Биоорганические соединения.

Лабораторная работа №10. Свойства белков. Обнаружение белка.

Цель: изучить химические свойства белков.

Реактивы и оборудование: белок, раствор гидроксида натрия NaOH – 10%, раствор медного купороса (CuSO₄) – 5%, азотная кислота HNO₃ конц., нашатырный спирт (NH₄OH) – 20%, дистиллированная вода, штатив для пробирок, пробирки – 4 шт., спички, спиртовка, пробиркодержатель.

Ход работы:

В пробирку налейте 2 мл. раствора белка и добавьте 2 мл. раствора NaOH – 10%, затем несколько капель раствора медного купороса (CuSO₄– 5%). Что наблюдаете?

В пробирку с 2 мл. белка добавьте несколько капель концентрированной азотной кислоты. Что наблюдаете? Нагрейте содержимое пробирки. Что наблюдаете? Охладите смесь и добавьте к ней по каплям 2-3 мл. нашатырного спирта. Что наблюдаете?

Приготовьте раствор белка. Для этого белок куриного яйца (2 мл.) растворите в 50 мл. воды. В пробирку налейте 2 – 5 мл. белка и нагрейте на спиртовке до кипения. Отметьте помутнение раствора. Охладите содержимое пробирки. Разбавьте дистиллированной водой в 2 раза.

1. Почему раствор белка при нагревании мутнеет.

Почему образующийся при нагревании осадок не растворяется при охлаждении и растворении водой?

1. Денатурация белков при нагревании

В пробирку налейте 1мл раствора белка и нагрейте в пламени спиртовки, что происходит?

2. Денатурация белков под воздействием раствора соли.

К 1 мл белка прилейте раствор хлорида натрия или сульфата аммония, смесь встряхните что наблюдаете?

3. Биуретовая реакция

Влейте в пробирку 2 мл раствора белка и добавьте несколько 0,5 мл раствора гидроксида натрия, а затем 2-3 капли раствора сульфата меди (2). Что наблюдаете

4. Ксантопротеиновая реакция

В пробирку налейте 2-3 мл раствора белка 0,5 мл концентрированной азотной кислоты(Осторожно!) . Осторожно нагрейте смесь до кипения и подержите 1-2 минуты до изменения окраски. Что наблюдаете?

5. Качественная реакция раствора белка на тяжёлые металлы.

К раствору 0,5 мл белка добавить несколько капель ацетате свинца(2), а затем гидроксид натрия и нагреть. Что происходит?

Работу выполнить в виде таблицы:

В конце работы сделать общий вывод по выполненной работе.

Лабораторная работа №11.
Исследование свойств липидов.

Цель работы: научиться экспериментально доказывать наличие в липидах основных структурных компонентов; определять степень насыщенности высших жирных кислот; осуществлять омыление жиров.

Реактивы: растительные масла; бромная вода; 35 %-ный раствор NaOH.

Опыт 1. Омыление жиров.

В небольшую фарфоровую чашку поместите 0,5 мл растительного масла и 4 капли 35%-ного раствора NaOH. Стеклопалочкой размешайте щелочь с маслом до получения однородной эмульсии. Затем поставьте чашку на электрическую плитку и при незначительном нагревании продолжайте помешивать, пока не получится однородная прозрачная слегка желтоватая жидкость. Затем добавьте 2 мл дистиллированной воды и вновь нагрейте, тщательно перемешивая до полного упаривания воды. Снимите чашку с электрической плитки. Получится кусочек твердого белого мыла.

Опыт 2. Определение степени ненасыщенности высших жирных кислот.

В пробирку поместите 8 - 10 капель бромной воды и 2 - 3 капли подсолнечного масла (содержит большое количество непредельных жирных кислот), перемешайте; происходит обесцвечивание бромной воды:

Степень ненасыщенности жиров количественно определяют по количеству присоединенного галогена (йода, брома) по месту двойных связей.

Опыт 3. Изомеризация олеиновой кислоты.

В пробирку помещают 1 мл олеиновой кислоты, немного медных стружек и 1,5 мл концентрированной азотной кислоты. Содержимое пробирки энергично встряхивают и оставляют в штативе под тягой. Наблюдают выделение оксида азота (IV) бурого цвета, образующегося в результате взаимодействия концентрированной азотной кислоты с медью. Оксиды азота являются катализаторами процесса изомеризации олеиновой кислоты в элаидиновую. Вспенившаяся масса олеиновой кислоты (цис-изомер) в течение 1 ч затвердевает вследствие образования твердой элаидиновой кислоты (транс-изомер):

Контрольные вопросы 1. Что такое липиды? Их классификация. 2. Что такое жиры? Каковы физические свойства жиров? От каких факторов зависит агрегатное состояние жиров? 3. Перечислите биологические функции жиров. 4. К какому типу (присоединение, замещение или др.) относится реакция подсолнечного масла с бромной водой? 5. Приведите уравнения взаимодействия диолеолинолеина с бромной водой и с перманганатом калия.

Лабораторная работа №12.
Изучение свойств моносахаридов и полисахаридов.

Цель работы: доказать строение альдоз и кетоз – провести качественные реакции. Изучить кислотный гидролиз ди- и полисахаридов.

Реактивы и материалы: 5%-ные растворы глюкозы, фруктозы, лактозы и сахарозы; концентрированные и 2 н растворы соляной и серной кислот; 10%-ный раствор гидроксида натрия; концентрированный раствор аммиака; 0,2 н раствор нитрата серебра; 10%-ные растворы хлорида кальция и сульфата меди (II); 1%-ный раствор крахмала; раствор йода в йодистом калии; вата (или фильтровальная бумага).

Оборудование: фарфоровая ступка с пестиком, набор пробирок, 2 стакана (100 мл); асбестовая сетка, спиртовка, плитка.

Опыт 1. Доказательство наличия гидроксильных групп в моно и дисахаридах

К 1 мл раствора хлорида кальция добавляют 0,5 мл раствора гидроксида натрия и приливают раствор глюкозы до растворения первоначально образовавшегося осадка. Содержимое пробирки взбалтывают. В пробирке смешивают 1 мл раствора глюкозы, 1 мл раствора гидроксида натрия и 2 капли раствора сульфата меди (II). Содержимое пробирки взбалтывают. Аналогичные опыты проводят с раствором фруктозы, сахарозы и лактозы. Полученные растворы сахаратов меди оставляют для следующего опыта.

Вопросы и задания

1. Составьте уравнение образования сахарата кальция.
2. Что наблюдаете при взаимодействии гидроксида меди (II) с сахарами? Напишите соответствующие уравнения реакций.
3. Можно ли данные реакции отнести к качественным на сахара?

Опыт 2. Окисление моно- и дисахаридов

К полученным в опыте 1 щелочным растворам сахаратов меди добавляют по 0,5 мл воды, встряхивают содержимое пробирок и осторожно нагревают верхнюю часть пробирок не доводя до кипячения. Помещают в чистую обезжиренную пробирку 1 каплю раствора нитрата серебра, добавляют в нее 2 капли раствора гидроксида натрия и по каплям (3–4 капли) раствора аммиака до растворения образующегося осадка оксида серебра (I). В полученный раствор вносят 1 каплю раствора глюкозы и осторожно нагревают пробирку без кипячения до начала побурения раствора. Аналогичные опыты с гидроксидом диамминсеребра (I) проводят и с другими углеводами: фруктозой, сахарозой и лактозой.

Вопросы и задания

1. Что происходит при нагревании сахаратов меди? Напишите уравнения реакций. У каких растворов изменений не наблюдается? Почему?
2. У каких углеводов отсутствует положительная реакция "серебряного зеркала" и почему?
3. Какие из углеводов можно назвать восстанавливающими, а какие невосстанавливающими? Какую функциональную группу определяют данной реакцией?

Опыт 3. Реакция Селиванова на фруктозу

В пробирку помещают крупинку сухого резорцина, 2 капли концентрированной соляной кислоты и 1 мл раствора фруктозы. Жидкость осторожно нагревают до начала кипения. Постепенно появляется красное окрашивание. При длительном кипячении проводят данную реакцию с глюкозой и сахарозой.

Вопросы и задания

1. Что образуется при взаимодействии реактива Селиванова с фруктозой?
2. Можно ли данную реакцию использовать как качественную на кетозы?
3. Почему при длительном кипячении возможна слабая положительная реакция с глюкозой и сахарозой?

Опыт 4. Изучение гидролиза сахарозы

В пробирке смешивают 0,5 мл раствора сахарозы, 2 капли раствора соляной кислоты и 0,5 мл воды. Смесь осторожно нагревают в пламени спиртовки в течение 30 секунд, не допуская выброса раствора из пробирки. Смесь делят на две пробирки. Первую часть раствора нейтрализуют по каплям раствором гидроксида натрия и добавляют 0,5 мл

раствора сульфата меди (II). Верхнюю часть пробирки осторожно нагревают до кипения. Ко второй части гидролизата добавляют крупинку резорцина и 2–3 капли концентрированной соляной кислоты. Нагревают до кипения. Для сравнения проводят холостой опыт. Водный раствор сахарозы кипятят без добавления соляной кислоты и проводят реакцию с гидроксидом меди (II) и Селиванова.

Вопросы и задания

1. Что доказывает реакция с гидроксидом меди (II)? Положительна ли реакция Селиванова? 2. Объясните результаты проведения опыта без добавления соляной кислоты.

Опыт 5. Кислотный гидролиз крахмала

В пробирку наливают 2 мл крахмального клейстера и добавляют 2 мл раствора серной кислоты. Смесь нагревают до кипения и через равные промежутки времени (2 минуты) пипеткой отбирают пробы раствора (по 0,5 мл) в 5–6 пробирок. В охлажденные пробы добавляют по 1–2 капли раствора йода в йодистом калии. Нагревание раствора прекращают, когда проба раствора с йодом становится слабо-желтой (не изменяет цвета). После охлаждения с гидролизатом проводят качественную реакцию на глюкозу так же, как в опыте.

4. Вопросы и задания

1. Что образуется при добавлении йода к крахмалу? Составьте схему взаимодействия.

2. По какой схеме гидролизуете крахмал? Изменяют продукты гидролиза окраску раствора йода?

3. Приведите формулу мальтозы и уравнение ее гидролиза. Обладает ли мальтоза восстанавливающими свойствами?

Опыт 6. Гидролиз целлюлозы

В фарфоровую ступку помещают небольшой кусочек ваты (или фильтровальной бумаги), приливают 0,5 мл концентрированной серной кислоты и растирают вату (бумагу) пестиком до получения густой кашицы. Если необходимо, добавляют еще несколько капель кислоты. В ступку наливают 10–15 мл воды, растворяют в ней кашицу и выливают раствор в стаканчик. Полученный раствор кипятят около 10 минут. Гидролизат проверяют на присутствие глюкозы – реакция с гидроксидом меди (II).

Вопросы и задания

1. Приведите строение целлюлозы и составьте схему гидролиза целлюлозы.

2. Обладает ли целлюлоза восстанавливающими свойствами?

РАЗДЕЛ 2. БИОХИМИЯ.

Тема 2.1. Введение в биологическую химию. Элементарный состав. Вода и минеральные вещества.

Лабораторная работа №13.

Определение содержания влаги.

Качественный анализ минеральных веществ мышечной ткани рыбы.

Основными показателями химического состава рыбы являются: влага, жир, белок, минеральные вещества (зола).

Рыбу перед анализом тщательно моют и высушивают между листами фильтровальной бумаги. Подготовку пробы для анализа осуществляют следующим образом:

- мелкую рыбу (длиной менее 15 см) размалывают целиком без разделявания;
- среднюю и крупную рыбу разделявают на филе без кожи и костей. После разделявания рыбу не моют, а тщательно зачищают и протирают фильтровальной бумагой.

При массе неразделанного экземпляра рыбы свыше 500 г после разделявания для измельчения используют только одну продольную половинку рыбы. При массе одной продольной половинки рыбы свыше 1 кг ее разрезают на поперечные куски шириной 2-4 см и для измельчения берут половину кусков мяса, отобранных через один.

Пробу мяса крупной (средней) рыбы или мелкую неразделанную рыбу, как можно быстрее, дважды измельчают в мясорубке с диаметром отверстий решетки не более 5 мм, фарш тщательно перемешивают и помещают в широкогорлую склянку с притертой пробкой.

1. Определение содержания влаги.

Определение проводится с помощью различных способов высушивания.

Определение содержания влаги высушиванием при 100-105⁰С (арбитражный метод).

Проведение испытания:

Навеску анализируемой пробы массой около 2 г помещают в высушенную и тарированную бюксу с кварцевым песком, снабженную стеклянной палочкой с оплавленными концами, при помощи которой навеска распределяется в бюксе ровным тонким слоем. Бюксу закрывают крышкой и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Высушивание навески до постоянной массы производят в сушильном шкафу при температуре 100-105⁰С. В течение первых 2 часов навеску рыбы с содержанием жира до 20% сушат при температуре 60-80⁰С, более 20% - при температуре 60-65⁰С, а при содержании жира более 40% - при 60-65⁰С в потоке инертного газа. Постоянной массой считают результат, когда разница между двумя последними взвешиваниями не превышает 0,001 г. Перед каждым взвешиванием бюксу с пробой вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин.

Кварцевый песок очищают следующим образом: промывают чистой водопроводной водой, заливают раствором соляной кислоты (1:1) на сутки, еще раз тщательно промывают

водопродонной, а затем дистиллированной водой до исчезновения кислой реакции на лакмус, высушивают, прокаливают и просеивают.

Содержание влаги (W) в % вычисляют по формуле:

$$W = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m)} * 100,$$

где m_1 – масса бюксы с навеской, палочкой и песком до высушивания, г;

m_2 – масса бюксы с навеской, палочкой и песком после высушивания, г;

m – масса бюксы с палочкой и песком, г.

Вычисление проводят с точностью до 0,1 %.

- Определение содержания влаги (модифицированный метод Ружковского).

Метод удобен тем, что помимо определения содержания влаги в той же навеске можно определить и содержание жира. Он широко применяется в исследовательской работе при большом количестве проб для анализа.

Проведение испытания:

В чистую, сухую бюксу помещают предварительно подготовленный патрон из фильтровальной бумаги и высушивают до постоянной массы.

Патрон готовят следующим образом: берут лист фильтровальной бумаги такого размера, чтобы в готовом виде бюкса с патроном легко закрывалась крышкой. Лист наворачивают на стеклянную пробирку диаметром 10-15 мм в полтора оборота и одну сторону полученного патрона подгибают до образования плотного доньшка. Снимают патрон с пробирки, на дно для большей герметичности помещают небольшой кусочек ваты и такой же кусочек – близко к верхнему краю патрона. На боковой поверхности патрона простым карандашом наносят номер бюксы, в которую укладывают патрон. Также следует следить, чтобы совпадали номера бюксы и крышки.

Затем берут пробу для анализа, для чего из бюксы достают патрон, с помощью пинцета вынимают верхний кусочек ваты, в патрон помещают навеску фарша массой 2-3 г, закрывают вынутым кусочком ваты и закупоривают патрон также, как и доньшко. Патрон с навеской помещают в бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105⁰С.

Содержание влаги (W) в % вычисляют по формуле:

$$W = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m)} * 100,$$

где m_1 – масса бюксы с патроном и навеской до высушивания, г;

m_2 – масса бюксы с патроном и навеской после высушивания, г;

m – масса бюксы с пустым патроном, г.

Вычисление проводят с точностью до 0,1 %.

Бюксу вместе с пробой используют для определения содержания жира (п. 3.2.2.)

Ускоренный метод определения содержания влаги на приборе Чиловой.

Данный метод основан на принципе быстрого обезвоживания тонкого слоя измельченного продукта, помещенного между двумя металлическими пластинами, нагреваемыми электрическим током.

Перед определением прибор нагревают до температуры обезвоживания в соответствии с установленным режимом и подсушивают в нем бумажные пакеты, сделанные из листов ротаторной или газетной бумаги размером 15x15 см. Лист бумаги

этого формата складывают по диагонали пополам и края загибают в одну сторону на 1 см. При определении влаги в жирных пробах в пакет дополнительно помещают лист фильтровальной бумаги, сложенный в два или четыре слоя.

Проведение испытания:

Навеску анализируемой пробы в количестве 2-3 г взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г в тарированном бумажном пакете.

Пробу распределяют равномерным тонким слоем по внутренней поверхности пакета. Пакет с навеской складывают и помещают в прибор между плитами, где выдерживают 3-5 минут при температуре 155-180⁰С. Пакет с высушенным материалом охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,01 г.

Содержание влаги (W) в % определяют по формуле:

$$W = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m)} * 100,$$

где m_1 – масса пакета с навеской до высушивания, г;

m_2 – масса пакета с навеской после высушивания, г;

m – масса пустого тарированного пакета, г.

Вычисление проводят с точностью до 0,1 %.

2. Определение содержания минеральных веществ

Метод основан на полном сжигании органических веществ и удалении продуктов их сгорания. Так как некоторые соли при высокой температуре прокаливания могут улетучиваться, озоление необходимо проводить осторожно, избегая потерь.

Проведение испытания:

Фарфоровый тигель прокаливают при температуре 500⁰С в течение часа и перед взятием навески подсушивают при температуре 105⁰С в сушильном шкафу, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г. В тигель вносят навеску пробы в количестве 2-5 г и снова взвешивают. Затем тигель с навеской сушат в сушильном шкафу при температуре 105⁰С в течение 3-3,5 часов, после чего осторожно, не давая загореться веществу, обугливают на электрической плитке до полного удаления газов. Затем навеску окончательно сжигают (озоляют) в муфельной печи при температуре 400-500⁰С. Полученная зола может быть окрашена в серый или желтоватый цвет, но не должна содержать черных частичек несгоревшего угля. Затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание минеральных веществ (M) в % определяют по формуле:

$$M = \frac{c - a}{b - a} * 100,$$

где a – масса пустого тигля, г;

b – масса тигля с навеской до высушивания, г;

c – масса тигля с навеской после сжигания, г.

Вычисление проводят с точностью до 0,1% .

Тема 2.2. Свойства основных веществ и их обмен.

Лабораторная работа №14.

Исследование восстанавливающих свойств углеводов.

Определение редуцирующих сахаров по Бертрону.

Опыт 1. Реакция на восстанавливающие свойства сахаров.

Принцип реакции: моносахариды и некоторые дисахариды, имеющие свободную альдегидную группу, обладают способностью восстанавливать в щелочной среде оксид меди (II) до оксида меди (I) с образованием кирпично-красного осадка. Доказательство восстанавливающей способности углеводов или отсутствие ее проводится с помощью реакции Троммера.

Реактивы: 10% раствор гидроксида натрия, 5% раствор сульфата меди.

Ход работы: в штативе установить 4 пробирки и пронумеровать. Затем внести по 10 капель: в первую пробирку раствор глюкозы, во вторую — раствор лактозы, в третью — раствор сахарозы, в четвертую — раствор крахмала. Затем во все пробирки добавить по 1 капле раствора сульфата меди и по 10 капель раствора гидроксида натрия до растворения осадка. Содержимое всех пробирок нагреть на водяной бане. Наблюдайте в каких пробирках образуется красно-кирпичный осадок.

Опыт 2. Определение редуцирующих сахаров по Бертрону

Принцип метода. Сахара, имеющие альдегидные или кетонные группы, обладают способностью при кипячении и в присутствии сегнетовой соли восстанавливать в щелочной среде ионы меди до закиси меди, которая затем определяется методом йодометрии.

Реактивы:

1. Раствор сернокислой меди (Фелинг 1): 69.27г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в мерной колбе на 1л в дистиллированной воде и объем доводят до 1л. При необходимости раствор фильтруют через бумажный фильтр.

2. Раствор сегнетовой соли (Фелинг 2): 346 г сегнетовой соли и 100 г NaOH растворяют в дистиллированной воде и объем доводят до 1л. В случае мутности раствор должен быть отфильтрован через стеклянный фильтр и по возможности быстро.

3. Раствор крахмала - 1г растворимого крахмала взбалтывают в 5 мл дистиллированной воды, полученный раствор небольшими порциями вливают в насыщенный раствор KCl (80мл) и кипятят в течение 5мин, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу на 100 мл и затем доводят насыщенным раствором KCl до метки: раствор крахмала должен быть нейтральным (pH 7,0).

4. 2N соляная кислота.

5. 20% - ный раствор серной кислоты: 129 мл концентрированной H_2SO_4 смешивают с 870 мл дистиллированной воды.

6. Калий йодистый кристаллический (чда /хч).

7. 0.1 N раствор тиосульфата натрия готовят из фиксанала

Или 24,8 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,2г бисульфита натрия NaHSO_3 растворяют в свежeproкипяченной дистиллированной воде, свободной от CO_2 , и объем доводят до 1л.

Раствор предпочтительнее готовить из фиксанала.

8. 0.1n раствор бихромата калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ готовят из фиксанала.

9. Дистиллированная вода, освобожденная от CO_2 , в колбе кипятят

в колбе кипятят дистиллированную воду в течение 20 мин, закрывают колбу пробкой, в которой находится трубка с патронной известью, и охлаждают до комнатной температуры.

Ход анализа:

0,5 (1,0) мл пробы вносят в пробирку и добавляют 0,5 (1,0) мл 2Н соляной кислоты. Пробирку прогревают при 80°C в течение 10 минут (для гидролиза сахарозы). Затем переносят в колбу Эрленмейера, добавляют 9 (8) мл дистиллированной воды, 10 мл раствора Фелинга I (сернокислой меди) и раствора Фелинга II (смесь растворов сегнетовой соли и едкого натра), после чего колбу кипятят 2 минуты и быстро охлаждают. После этого вносят 15 мл 20% серной кислоты и 2 грамма йодистого калия и сразу же проводят титрование выделившегося йода 0,1Н раствором тиосульфата натрия. По мере титрования добавляют капли раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синего окрашивания.

Параллельно проводят контрольный опыт, в котором вместо испытуемой пробы берут 0,5 (1,0) мл 2Н соляной кислоты и 9,5 (9) мл дистиллированной воды и прodelывают ту же операцию, что и с испытуемой пробой после гидролиза.

Расчет

Вначале вычисляют величину X (содержание меди, мг) по формуле:

$$X = (A - B) \times K \times 6,39 \times 0,95$$

где: A – объем 0,1Н раствора тиосульфата, пошедшего на титрование в контрольном опыте, мл;

B – объем 0,1Н раствора тиосульфата, пошедшего на титрование испытуемой пробы, мл;

K – поправка к титру раствора тиосульфата;

6,36 – коэффициент перехода от мл к мг (1 мл 0,1Н раствора тиосульфата соответствует 6,36 мг меди);

0,95 – коэффициент пересчета на сахарозу (учитывает присоединение молекул воды при инверсии сахарозы).

Далее по таблице Бертрана(справочник) для рассчитанной величины содержания меди находят содержание сахара, мг (величину C). По величине C рассчитывают содержание сахаров (S), % масс.

Лабораторная работа №15.

Определение удельного веса жира, коэффициента преломления.

Омыление жира. Выделение свободных жирных кислот.

Определение жира настаиванием с растворителем

Навеску исследуемого продукта в количестве 2 г берут с точностью до 0,01 г в коническую колбу емкостью 50-100 мл. Приливают 10 мл растворителя - бензина или дихлорэтана, закрывают колбу корковой пробкой и снова взвешивают для определения массы (веса) растворителя. Жир экстрагируют в течение 1 ч, периодически взбалтывая навеску с растворителем. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр в сухую колбу, предварительно взвешенную с точностью до 0,001 г. Колбу с фильтратом взвешивают с точностью до 0,01 г и по разности определяют массу (вес) фильтрата.

Растворитель отгоняют на песочной бане, приняв соответствующие меры предосторожности, колбу с остатком помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 100-105° С. Затем колбу с жиром охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Содержание жира в процентах (x) определяют по формуле

$$x = \frac{GG_1 \cdot 100}{(G_2 - G_1) g},$$

где G - количество растворителя, г; G1 - количество жира, г; G2 - количество фильтрата, г; g - навеска исследуемого продукта, г.

Конечный результат выражают как среднее арифметическое двух определений. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,3%.

Определение жиров рефрактометрическим методом (метод ВНИИКОПа)

Метод основан на определении коэффициента преломления раствора жира в а-монобромнафталине, автоле или смеси монобромнафталина с машинным маслом, которыми предварительно извлекают жир из исследуемого продукта. Растворение жира в любом из указанных растворителей вызывает понижение его показателя преломления, прямо пропорциональное концентрации жира в экстракте.

а-Бромнафталин имеет высокий показатель преломления - 1,65, он мало летуч и не растворяет воду - все эти свойства делают его наиболее приемлемым растворителем при определении количества жира при помощи рефрактометра. При выполнении анализа применяют универсальный рефрактометр со шкалой, градуированной до $n_D = 1,75$; сахарный рефрактометр, имеющий шкалу n_D только до 1,54, непригоден для работы с монобромнафталином.

Методика определения жира с применением в качестве растворителя монобромнафталина. Навеску тщательно измельченного продукта в количестве около 2 г берут по разности с точностью до 0,0001 г в маленькую фарфоровую ступку (диаметром не более 5 см), добавляют из бюретки 1,3 мл мелкого прокаленного песка и около 6 г монобромнафталина, отвешенного по разности с точностью до 0,01 г. Тщательно растирают пестиком навеску с песком и растворителем в течение 5 мин. Затем содержимое ступки переносят на небольшой складчатый фильтр (диаметром 7 см) и полученный после фильтрования жировой экстракт собирают в маленький химический стаканчик.

Перемешав экстракт стеклянной палочкой, 2-3 капли его наносят на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления. Определение рефракции повторяют не менее 3 раз с новыми порциями экстракта и берут для расчета среднее арифметическое.

Показатель преломления чистого монобромнафталина и испытуемого жирового экстракта определяют при одной и той же температуре. Температура во время определения поддерживается постоянной, что достигается пропусканием воды через оправы призм.

Количество жира в процентах (x) рассчитывают по следующей формуле:

$$x = \frac{10^4 \alpha (H_0 - H) g}{g_1},$$

где n_0 - показатель преломления чистого растворителя; n - показатель преломления испытуемого жирового экстракта; g - навеска растворителя, г; g_1 - навеска исследуемого продукта, г; a - показатель отношения процентного содержания жира в растворителе к разности между показателями преломления растворителя и жирового экстракта. Для пищевых концентратов a равен 0,0368.

Методика определения жира с применением в качестве растворителей автола или смеси монобромнафталина и машинного масла (метод ВНИИКОПа). Около 5 г хорошо измельченного продукта отвешивают по разности с точностью до 0,01 г в небольшую фарфоровую ступку и добавляют 4 г взятых также по разности автола или смеси из 25 объемных единиц монобромнафталина и 75 объемных единиц машинного масла. Затем в ступку вносят 3 г мелкого прокаленного песка и полученную смесь тщательно растирают в течение 5-10 мин (более длительное растирание рекомендуется для пищевых концентратов с мясом).

Если в качестве растворителя применяют смеси монобромнафталина и машинного масла, то растертую массу переносят из ступки на складчатый фильтр, 2-3 капли отфильтрованного жирового экстракта наносят на призму рефрактометра и определяют показатель преломления. В случае применения в качестве растворителя автола смесь в ступке растирают при нагревании, погрузив ступку в сосуд с горячей водой. Растертую массу переносят из ступки на фильтр из двух слоев марли с тонкой прослойкой из ваты, отжимают несколько капель жирового экстракта, охлаждают его, наносят на призму рефрактометра и определяют показатель преломления.

Содержание жира вычисляют по формуле, приведенной в методике определения жира с растворителем монобромнафталином. Показатель a равен: в случае применения автола - 0,3; в случае применения смеси монобромнафталина и машинного масла - 0,19. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,3%.

Примечание. Для отмеривания песка используют бюретку без крана, на кончик которой надевают каучуковую трубку с зажимом Мора.

Рефрактометрический метод определения количества жира является одним из самых быстрых методов. Им широко пользуются при исследовании пищевых концентратов и другой продукции, содержащей жир.

Омыление жиров.

В фарфоровую чашечку поместить 3г. жиров, маргарина, или сливочного масла и прилейте 7 – 8 мл. раствора, содержащего в массовых долях 0,2 NaOH. Для ускорения реакции добавить 1 – 2 мл. этанола. Смесь кипятить 15 мин., помешивая стеклянной палочкой и добавляя воду до исходного уровня.

Чтобы проверить, не остался ли непрореагировавший жир, немного горячей смеси влейте в пробирку с горячей водой. Если при охлаждении на поверхности воды не всплывают капельки жира, то процесс омыления завершен. Если капельки жира всплывают, тогда кипячение смеси продолжайте.

После окончания реакции омыления к полученной массе добавьте 0,5 г хлорида натрия и еще кипятите 1-2 мин.

Лабораторная работа №16.
Определение кислотного и перекисного чисел жира.
Определение йодного числа жира.

1. Определение кислотного числа.

Кислотное число характеризует гидролитическую порчу жира, при которой образуются свободные жирные кислоты. Под кислотным числом понимают количество миллиграммов едкого калия, необходимого для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г исследуемого жира.

Проведение испытания:

Навеску жира, взятую по разности масс с точностью до 0,001 г в количестве 2-10 г (в зависимости от ожидаемого кислотного числа), помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, в которую приливают 30-50 мл нейтральной спирто-эфирной смеси, состоящей из одной части этилового спирта и двух частей серного эфира.

При работе с хлороформным экстрактом (мисцеллой) в коническую колбу емкостью 250 мл помещают такое количество мисцеллы, чтобы в ней содержалось 1-2 г жира. К взятому количеству мисцеллы приливают 1-4 части (к массе мисцеллы) спирто-эфирной смеси. Количество добавляемой спирто-эфирной смеси зависит от окраски жира: чем темнее жир, тем больше количество смеси.

К полученному раствору жира прибавляют 1 мл 1%-го спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение минуты.

Кислотное число жира ($Kч$) в мг КОН/г определяют по формуле:

$$Kч = \frac{a * 5,61 * K}{m},$$

где a – количество 0,1 н раствора щелочи, пошедшей на титрование, мл;

5,61 – количество щелочи, соответствующее 1 мл 0,1 н раствора щелочи, мг;

K – поправочный коэффициент для 0,1 н раствора щелочи;

m – навеска жира или масса жира, содержащегося в объеме хлороформного экстракта, взятого для анализа, г.

Масса жира, содержащегося в 1 мл хлороформного экстракта, определена в п.4.1.1.

Вычисление проводят с точностью до 0,01 мг КОН/г.

2. Определение содержания перекисей (перекисного числа).

Количественное определение перекисей основано на реакции их с йодистым калием в уксусно-кислой среде, в результате чего выделяется свободный йод, который оттитровывают серноватистокислым натрием.

Выделение йода перекисями протекает по схеме:



Результат определения условно выражают в виде перекисного числа $Пч$.

Перекисным числом называется количество граммов йода, которое вытесняется из йодистого калия в уксусно-кислой среде под действием перекисей, содержащихся в 100 г жира.

Проведение испытания:

В коническую колбу с притертой пробкой емкостью 250 мл помещают:

- при работе с мисцеллой – 12 мл мисцеллы;

- при работе с жиром – навеску жира около 1 г, взятую по разности с точностью до 0,001 г и 12 мл чистого хлороформа, свободного от перекисей.

Затем в колбу приливают 18 мл ледяной уксусной кислоты, добавляют 1 мл свежеприготовленного насыщенного раствора йодистого калия, закрывают колбу пробкой и, равномерно вращая ее, перемешивают содержимое точно 2 минуты. Затем приливают 100 мл свежeproкипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной воды и 1 мл 1%-го раствора крахмала. Выделившийся йод немедленно титруют 0,01 н раствором серноватистокислового натрия до исчезновения синего окрашивания.

Параллельно проводят контрольный опыт без навески жира.

Количество перекисей (*П*) в процентах йода определяют по формуле:

$$П = \frac{(a-b) \cdot 0,001269 \cdot 100}{m} = \frac{(a-b) \cdot 0,1269}{m} \cdot 100$$

где *a* – количество 0,01 н раствора серноватистокислового натрия, израсходованного на титрование в рабочем опыте, мл;

b – количество 0,01 н раствора серноватистокислового натрия, израсходованного на титрование в контрольном опыте, мл;

0,001269 – количество йода, соответствующее 1 мл 0,01 н раствора серноватистокислового натрия, г;

m – навеска жира или масса жира, содержащегося в объеме хлороформного экстракта (мисцелле), взятого для анализа, г.

Вычисление проводят с точностью до 0,1% J₂.

3. Определение иодного числа основывается на реакции присоединения иода по месту двойной связи, которая протекает по уравнению:



Реактивы: жир, спиртовый раствор иода (0,1 моль/л), 1 %-й раствор крахмала, раствор Na₂S₂O₃ (0,05 моль/л).

Оборудование: две конические колбы емкостью 50 мл, пипетки, бюретки.

Ход работы

В первую колбу помещают навеску жира 0,1 – 0,2 г (исследуемая проба), во вторую – 0,1–0,2 мл воды (контрольная проба), прибавляют по 10 мл спиртового раствора иода и перемешивают. Через 15 мин содержимое колб оттитровывают раствором Na₂S₂O₃ сначала до появления слабо-желтого окрашивания, а потом, прибавив 1 мл раствора крахмала, титруют до исчезновения синего окрашивания. Иодное число вычисляют по формуле:

$$ИЧ = (B-A) \cdot f \cdot Q \cdot 100 / (1000a)$$

где *B – A* – разность результатов титрования контрольного и опытного образцов в растворе гипосульфита (0,05 моль/л) (мл); *a* — навеска исследуемого жира (г);

f — коэффициент поправки на титр раствора Na₂S₂O₃ (0,05 моль/л);

Q — количество J₂ (12,69 мг), эквивалентное 1 мл раствора Na₂S₂O₃ (0,05 моль/л).

Лабораторная работа №17.
Качественные реакции на белки. Реакции осаждения белков.

1. Реакции осаждения белков

Белки вступают во взаимодействие со многими соединениями (ионами металлов, кислотами и др.), а также конкурируют с ними за молекулы растворителя (воды). Во многих случаях результатом указанных процессов является осаждение белков. Реакции осаждения белков можно разделить на две группы: 1) обратимое осаждение белков (солями аммония, нейтральных щелочных и щелочноземельных металлов, спиртов) и 2) необратимое – солями тяжелых металлов, нагреванием, минеральными и органическими кислотами, а также другими реагентами, вызывающими ковалентную модификацию белков.

Эффективно осаждает белки трихлоруксусная кислота, поэтому ее наиболее часто применяют для удаления белка из белковых растворов.

Осаждение белков спиртом

Спирт (а также ацетон и другие органические растворители) дегидрирует белки. В результате происходит агрегация белковых частиц и их осаждение. Если в растворе белка присутствуют соли (NaCl и др.), осадок образуется быстрее вследствие снятия заряда с коллоидных частиц. Реакция осаждения белков спиртом, проводимая на холоде и при непродолжительном его контакте с белком, обратима.

Выполнение реакции.

В пробирку наливают около 2 см³ раствора яичного белка, добавляют несколько кристалликов NaCl и по каплям – этиловый спирт до выпадения хлопьев белка.

После осаждения хлопьев надосадочную жидкость сливают, к осадку доливают воду, наблюдая растворение белка.

Осаждение белков солями тяжелых металлов

Соли тяжелых металлов (меди, свинца, ртути и др.) необратимо осаждают белки из растворов, что объясняется следующими причинами: образованием нерастворимых в воде белково-металлических комплексных соединений, разрушением вторичной, третичной и четвертичной структуры белка вследствие образования прочных связей с SH-группами остатков цистеина. Такой белок утрачивает свои биологические свойства. Свойства белков связывать тяжелые металлы широко используются в медицинской и ветеринарной практике. Белки применяются как противоядие при отравлениях солями ртути или свинца.

Выполнение реакции.

В пробирку наливают около 2 см³ раствора яичного белка и прибавляют медленно по каплям раствор соли тяжелого металла (1 %-й раствор сульфата меди или 5 %-й раствор ацетата свинца). Наблюдают коагуляцию белка. Выпавшие хлопья белка при добавлении воды не растворяются. Избыток же сульфата меди и ацетата свинца ведет к растворению (пептизации) первоначально образовавшегося осадка, что объясняется адсорбцией на белковых частицах ионов металла и их перезарядкой.

Осаждение белков при нагревании

Нагревание раствора белка вызывает его необратимое осаждение. При нагревании белки денатурируют. Денатурация сопровождается изменением нативной конформации белковых молекул.

Выполнение реакции.

В две пробирки наливают по 2–3 см³ раствора яичного белка; в одну из них добавляют одну каплю 1 %-го раствора уксусной кислоты. Нагревают содержимое обеих пробирок.

Осадок белка появляется в пробирках еще до того, как содержимое закипит. При этом в пробирке с уксусной кислотой осадок выпадает скорее и полнее вследствие того, что в результате подкисления рН раствора приблизился к изоэлектрической точке.

Осаждение белков концентрированными минеральными кислотами

Концентрированные минеральные кислоты (кроме фосфорной кислоты) вызывают необратимое осаждение белков из растворов. Осаждение белка объясняется явлениями дегидратации частиц, уменьшения заряда, разрушения электростатических связей и т. д. Избыток минеральных кислот (за исключением азотной) растворяет выпавший осадок белков вследствие их гидролиза.

Выполнение реакции.

В три пробирки осторожно наливают по 0,5 см³ концентрированной кислоты: в первую – серную, во вторую – соляную и в третью – азотную.

Во всех пробирках осторожно наливаают на кислоту по 1 см³ раствора яичного белка. На границе двух жидкостей появляется осадок белка в виде небольшого белого кольца. Каждую пробирку осторожно встряхивают. В первой и второй пробирках осадок растворяется; в третьей – с азотной кислотой – осадок при встряхивании не исчезает. Реакция используется для качественного определения белка в биологических средах.

Осаждение белков органическими кислотами

Трихлоруксусная кислота (ТХК, CCl_3COOH) является специфическим реактивом на белок и широко используется в исследовательской практике. ТХК осаждает только белки и не действует на продукты их расщепления – пептиды, аминокислоты и др. ТХК используют для полного удаления белков из биологических жидкостей (сыворотки крови, молока и др.). При этом продукты расщепления белков остаются в растворе. Реакция имеет важное значение для раздельного определения белкового и небелкового азота.

Выполнение реакции.

В пробирку наливают 2–3 см³ раствора белка и добавляют несколько капель 5 %-го раствора трихлоруксусной кислоты. Наблюдают выпадение осадка белка.

Осаждение белков реактивами на алкалоиды

Реакции осаждения белков такими реагентами, как пикриновая кислота, танин, железосинеродистый калий, обуславливаются тем, что белки, как и алкалоиды, имеют аминогруппы, которые в нейтральной и кислой среде приобретают положительный заряд. Перечисленные реагенты образуют с ними нерастворимые в воде солеобразные соединения. Поскольку большинство белков являются кислыми, эти реакции необходимо проводить в кислой среде, так как в данных условиях эти белки перезаряжаются и переходят из анионов в катионы, с которыми взаимодействуют реагенты на алкалоиды.

Выполнение реакции.

В три пробирки наливают по 2 см³ раствора белка и подкисляют их двумя–тремя каплями 1 %-го раствора уксусной кислоты. Затем в одну пробирку вносят 5–6 капель насыщенного раствора пикриновой кислоты, в другую – две–три капли 10 %-го раствора танина, в третью – три капли 5 %-го раствора железосинеродистого калия, взбалтывая после добавления каждой капли. Во всех пробирках выпадает осадок белка.

Тема 2.3. Ферменты, витамины, гормоны. Их роль в обмене веществ.

Лабораторная работа №18.

Свойства ферментов. Качественные реакции на витамины.

Цель: провести качественные реакции на витамины в продуктах питания. Познакомиться с ферментативным характером реакций обмена веществ, доказать, что ферментативная активность – свойство, присущее только живой клетке.

Оборудование: а) подсолнечное масло, FeCl₃, яблочный сок, вода, крахмальный клейстер, йод, рыбий жир или желто яйца

б) луковицы лука репчатого, клубни картофеля, кусочки мяса, 3%-ый пероксид водорода, ступки фарфоровые с пестиком, пробирки, спиртовки, набор препаровальных инструментов.

ВИТАМИНЫ

1) Определение витамина А в подсолнечном масле.

В пробирку налейте 1 мл подсолнечного масла и добавьте 2-3 капли 1 %-ного раствора FeCl₃.

При наличии витамина А появляется ярко-зеленое окрашивание.

2) Обнаружение витамина С в яблочном соке.

Налейте в пробирку 2 мл сока и добавьте воды до 10 мл. Затем влейте немного крахмального клейстера (1 г. крахмала на стакан кипятка). Далее по каплям добавляйте 5 %-ный раствор йода до появления устойчивого синего окрашивания, не исчезающего 10–15 с. Техника определения основана на том, что молекулы аскорбиновой кислоты легко окисляются йодом.

Как только йод окислит всю аскорбиновую кислоту, следующая же капля, прореагировав с крахмалом, окрасит раствор в синий цвет.

3) Определение витамина D в рыбьем жире или курином желтке.

В пробирку с 1 мл. рыбьего жира прилейте 1 мл раствора брома.

При наличии витамина D появляется зелено – голубое окрашивание.

ФЕРМЕНТЫ

Приготовить вытяжку.

растереть в ступке 5г лука, добавить 50мл воды и разлить отжатый сок в две пробирки;

мелко порезать 2г картофеля, растереть в ступке, добавить 50мл воды, разлить отжатый сок в две пробирки;

одну пробирку с вытяжкой прокипятить, добавить в обе пробирки (контрольную и опытную) по 2мл 3%-ого раствора пероксида водорода;

прилейте по 2мл H₂O₂ (пероксида водорода) в пробирки с кусочком почки млекопитающего, с сырым картофелем, с кусочком вареного картофеля;

запишите наблюдаемые вами явления при действии пероксида водорода на живые клетки растительной и животной ткани и на мертвые клетки (в пробирке с вареным картофелем);

объясните причины выделения пузырьков газа, посинения раствора, отсутствие реакций в пробирках с прокипяченной вытяжкой;

обобщите результаты работы, описав характерные свойства ферментов, особенности их действия.

Методические рекомендации:

Пероксид водорода – высокотоксичное для клетки соединение. Функцию его нейтрализации выполняет фермент каталаза, разлагающий пероксид водорода на воду и кислород. Доказательством выделения кислорода является посинение раствора вследствие окисления бензидина.

Обсуждение итогов выполнения лабораторной работы

Какие выводы можно сделать в результате исследований лабораторных опытов:

В каких пробирках не наблюдалось расщепление пероксида водорода и почему?

В каких пробирках происходило бурное выделение кислорода?

Сделайте вывод по проделанной работе.

Тема 2.4. Биохимические процессы рыбы и гидробионтов.

Лабораторная работа №19.

Наблюдение биохимических изменений в рыбе при автолизе.

Исследовать рыбу на свежесть с помощью количественных химических методов.

План работы:

- 1) провести органолептическое исследование рыбы по схеме, указанной в предыдущем задании, и подготовить образец рыбы для химического анализа;
- 2) определить содержание летучих оснований;
- 3) определить триметиламин;
- 4) определить амино-аммиачный азот;
- 5) определить содержание летучих жирных кислот;
- 6) определить содержание индола;
- 7) дать заключение о санитарном качестве рыбы.

Количественные химические методы

Определение летучих оснований. Для определения количества летучих оснований необходимо иметь отгонный аппарат Фолина или Широкова.

В колбу перегонного аппарата отвешивают 5 г фарша из рыбы, приливают 50 мл воды и 5 мл 5%-ного раствора магнезиального молока (окиси магния). В колбу-приемник

наливают 15 мл 0,1 *vV* серной кислоты. Отгонку проводят в течение 30 минут после появления первой капли дистиллята. По окончании перегонки избыток серной кислоты оттитровывают 0,1 *N* едким натрием по индикатору метиловый красный.

Расчет производят по формуле: $X = 1,4 (a-b) 100 / m$

где x — количество летучих оснований;

a — количество миллилитров 0,1 *N* раствора серной кислоты, взятое в приемник;

b — количество миллилитров 0,1 *N* раствора едкого натрия, израсходованное на титрование избытка серной кислоты;

m — навеска рыбы (в г).

В свежей рыбе содержится летучих оснований от 7 до 15 мг%, в рыбе подозрительной свежести — от 15 до 30 и в несвежей — свыше 30 мг%.

Определение триметиламина. Триметиламин образуется из сложных аммиаков нейрина или холина. В мясе трески при порче происходит закономерное увеличение триметиламина; в качестве показателя свежести трески может быть использована сумма аммиака и триметил-амин (Гольмов). Для санитарной оценки мяса рыб, обитающих в пресных водах, содержание триметил амина мало показательно. Определение триметиламина производится в отгоне из рыбы по принципу формольного титрования.

Ход определения. Для определения триметиламина к оттитрованной жидкости в колбу-приемник после определения летучих оснований добавляют 10 капель смешанного индикатора (бромтимоловый синий и феноловый красный) и 10 мл формалина, предварительно нейтрализованного 0,1 *N* едким натрием в присутствии того же индикатора. Жидкость в колбе принимает желтую окраску. Ее вновь титруют 0,1 *N* раствором едкого натрия до перехода окраски в фиолетово-розовый цвет. Содержание азота триметиламина вычисляют по формуле:

$X = (a-b-c) \cdot 1,4 100/m$

где a, b, m — то же, что и в формуле для определения летучих оснований;

c — количество миллилитров 0,1 *N* раствора едкого натрия, израсходованного на титрование раствора после добавления нейтрального формалина.

В свежей рыбе первого сорта количество триметиламина не превышает 2 мг на 100 г рыбы; в рыбе второго сорта — от 2 до 7 мг%; в рыбе подозрительной свежести — от 7 до 20 и в несвежей — более 20 мг%.

Определение индола. Индол образуется в мясе рыб из аминокислоты триптофана. В мышечной ткани здоровых рыб, исследованной сразу же после улова, индол не обнаруживается. По мере порчи рыбы количество индола возрастает.

Метод определения индола заключается в извлечении его из мяса рыбы эфиром и постановки реакции с индикатором Эрлиха (парадиметиламинобензилальдегидом). Интенсивность окраски исследуемой вытяжки сравнивают со шкалой растворов индола различного разведения.

Ход определения. Исследуемый фарш из рыбы растирают в ступке, отвешивают на теххимических весах 100—200 г и переносят в круглодонную колбу, предназначенную для отгонки водяным паром. В колбу приливают 500 мл дистиллированной воды и 8 мл 100%-ной лимонной кислоты. Затем колбу помещают в водяную баню и соединяют с холодильником для отгонки индола. Таким образом, получают 50 мл дистиллята. Последний переносят в делительную воронку емкостью 1 л. Туда же приливают 2 мл концентрированной соляной кислоты (для разрушения эмульсии) и 100 мл эфира. Смесь встряхивают в течение 5 минут, эфирный слой сливают в колбочку. Оставшуюся часть

обрабатывают еще 2—3 раза эфиром для полного извлечения индола. Эфирные вытяжки сливают в одну и ту же делительную воронку, затем промывают раствором едкого натра для удаления примесей (крезола и др.), влияющих на окраску раствора. Делительную воронку с эфирной вытяжкой и раствором едкого натра многократно встряхивают, после чего слой раствора щелочи сливают, а в воронку добавляют 25 мл раствора соляной кислоты (10 мл концентрированной соляной кислоты на 200 мл дистиллированной воды). Эфирную вытяжку с раствором кислоты вновь взбалтывают, слой кислоты выливают, а жидкую смесь переливают в небольшую колбочку-с водяным аспиратором для удаления эфира. Эфир удаляют осторожным нагреванием колбочки в водяной бане при температуре 40°. После удаления эфира содержимое колбочки перемешивают и переносят в мерную пробирку, куда приливают дистиллированной воды до общего объема 5 мл. С таким раствором ставят цветную реакцию на индол. Для этого в пробирку берут 0,5 мл реактива (2 г парадиметиламино-бензилальдегида, растворенного на 100 мл 96° спирта), затем осторожно по стенке вводят 1 мл соляной кислоты (3 : 1), пробирку погружают в кипящую воду на 20 секунд, чтобы вызвать более быстрое окрашивание, сильно встряхивают и охлаждают в течение 30 секунд в холодной воде.

После этого в пробирку прибавляют 1 мл хлороформа и смесь сильно взбалтывают; при наличии индола хлороформный слой окрашивается в розовый или красный цвет. Интенсивность окрашивания сравнивают с образцами растворов индола.

Приготовление стандартной шкалы растворов индола производят следующим образом: 0,08 г индола растворяют в 100 мл 96° спирта; 5 мл такого раствора переносят в мерную литровую колбу и доливают до метки водой; 1 мл такого раствора содержит 0,004 мг индола (спиртовые исходные растворы хранятся несколько месяцев, водные — 3—4 дня).

Для приготовления эталонной шкалы в ряд пробирок из бесцветного стекла отмеривают микропипеткой следующие количества индола, содержащего 0,004 мг индола в 1 мл: 0,12; 0,25; 0,5; 0,75; 1; 1,5 и 2 мл, которые соответствуют 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 и 6 мг индола, и добавляют точно до 5 мл дистиллированной водой.

К содержимому каждой пробирки прибавляют реактивы для цветной реакции на индол совершенно так же, как указано выше для исследуемого раствора.

После того как установлено, какой из стандартных растворов имеет интенсивность цвета, одинаковую с исследуемой жидкостью, необходимо рассчитать количество миллиграммов индола в 1 кг продукта. Для этого количество миллиграммов индола, указанное на стандартной пробирке, следует умножить на столько, во сколько вес взятой навески рыбы меньше 1 кг.

Свежая рыба содержит в 1 кг от 0,014 до 0,02 мг индола, рыба в той или иной стадии порчи — более 0,03 мг.

Автолиз представляет собой гидролитический распад (самопереваривание) многих органических веществ тела (гликогена, фосфатов, жира, белков и др.) под влиянием ферментов, содержащихся в мясе. В стадии посмертного окоченения рыба считается свежей, а при автолизе ее качество резко снижается.

Автолиз вызывается целой группой ферментов, включающих протеиназы, липазы и амилазы, но основная роль при этом отводится протеолитическим ферментам. Под действием протеолитических ферментов, разрушающих соединительнотканые белки (коллаген), изменяется структурная сетка мышечной ткани, обуславливающая упругость тела свежей рыбы. При автолизе белки под действием эндопептидазы распадаются до

пептонов и полипептидов, а также до аминокислот. Некоторые аминокислоты под действием дезаминазы расщепляются с образованием аммиака. Увеличивается уровень свободных серосодержащих аминокислот, изменяется их качественный состав, что влечет за собой изменение вкуса и аромата мяса рыбы.

Под действием собственных липолитических ферментов происходит гидролиз и окисление липидов, содержащихся как в мышечной, так и в жировой тканях. Изменяется качественный состав жирных кислот. Из ненасыщенных образуются низкомолекулярные насыщенные жирные кислоты. При окислении жирных кислот накапливаются пероксиды, гидропероксиды, альдегиды, кетоны и др. Накопление продуктов распада жирных кислот способствует появлению прогорклого вкуса. Автолиз зависит от температуры: чем она выше, тем быстрее идут ферментативные процессы.

Автолиз постепенно переходит в бактериальное разложение.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

Основная учебная литература

1. Хаханина, Т. И. Органическая химия: учеб. пособие для СПО / Т. И. Хаханина, Н. Г. Осипенкова. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 396 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/431143>
2. Ершов, Ю. А. Биохимия: учебник и практикум для СПО / Ю. А. Ершов, Н. И. Зайцева; под ред. С. И. Шукина. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 323 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/442538>

Дополнительная учебная литература

1. Гаршин, А. П. Органическая химия в рисунках, таблицах, схемах: учеб. пособие для СПО / А. П. Гаршин. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 240 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/438955>
2. Новокшанова, А. Л. Биохимия для технологов. В 2 ч. Часть 1: учебник и практикум для СПО / А. Л. Новокшанова. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 211 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/442533>
3. Новокшанова, А. Л. Биохимия для технологов в 2 ч. Часть 2: учебник и практикум для СПО / А. Л. Новокшанова. — Москва: Издательство Юрайт, 2019. — 302 с. — Режим доступа: <https://biblio-online.ru/bcode/442534>

Справочно-библиографические и периодические издания

а) справочно-библиографические издания

1. Рабинович, В.А., Хавин, З. Я. Краткий химический справочник [Текст] / В. А. Рабинович, В. А. Хавин. — Ленинград изд. «Химия», 1991 г. — 432 с. (1экз.)
2. Шретер, В. Лаутеншлегер, К.-Х. Бибрак, Х. Справочник химия [Текст] / В. Шретер, К.-Х. Лаутеншлегер, Х. Бибрак — Москва изд. «Химия», 1989 г. — 648 с. (1экз.)

б) периодические издания

1. Журнал «Техника и технология пищевых производств», 2015 – 2017. – №1-4 (1 экз.).
2. Журнал структурной химии. - 2012 – 2018. – №1-6. - Режим доступа: https://biblioclub.ru/index.php?page=journal_red&jid=485070
3. Журнал «Химия и жизнь. XXI век». - 2010 – 2014. – №1-12. - Режим доступа: https://biblioclub.ru/index.php?page=journal_red&jid=560974

Ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

1. Органическая химия: интерактивный мультимедиа-учебник – <http://orgchem.ru/>
2. Органическая химия: взгляд из лаборатории (видеоуроки, экспериментальные материалы) – <http://orgchemlab.com/index.php>
3. «Биохимия для студента»: учебные материалы – <http://biokhimija.ru/>
4. Биохимия: просветительский интернет-проект – <https://biochemistry.pro/>