



Uniwersytet
Gdański



Katedra Analizy Środowiska

Instrukcja do ćwiczeń laboratoryjnych z Chemii Żywności

Ćwiczenie 4

Oznaczanie związków nieorganicznych w produktach spożywczych

Gdańsk, 2024

1. Wprowadzenie – część teoretyczna

1.1. Składniki mineralne

Składniki mineralne to pierwiastki, które wraz z tlenem, węglem, wodorem i azotem wchodzi w skład organizmu człowieka. Podobnie jak witaminy, są zatem niezbędne do prawidłowego rozwoju naszego organizmu i muszą być dostarczane wraz z pożywieniem, ponieważ nie są przez nasz organizm wytwarzane.

Składniki mineralne dzielą się na:

- **makroskładniki** występujące w większych ilościach w organizmie (np. wapń, fosfor, potas, magnez, chlor, siarka, sód), których zawartość w organizmie przekracza 50 mg/kg suchej masy tkanek.
- **mikroskładniki** obecne w organizmie w mniejszych ilościach; które są jednak niezbędne do jego prawidłowego funkcjonowania regulując wiele procesów zachodzących w komórkach; należą do nich m.in. żelazo, cynk, miedź, molibden, jod, mangan, kobalt, fluor, selen i chrom.
- **substancje balastowe** pochodzące bezpośrednio lub pośrednio z zanieczyszczonego środowiska, niespełniające zazwyczaj żadnych pożytecznych funkcji fizjologicznych, często charakteryzujące się działaniem toksycznym.

Takie makroelementy jak: C, H, O, N, Ca, Mg, P, Na, K, S i Cl stanowią prawie 98,8% masy roślin i zwierząt i są głównym składnikiem białek, lipidów, cukrów, nukleotydów, układu kostnego oraz szkieletu zewnętrznego zwierząt. W postaci soli regulują ciśnienie osmotyczne i równowagę kwasowo-zasadową organizmu. Dobowe zapotrzebowanie organizmu człowieka na makroelementy przekracza 100 mg, natomiast mikroelementy są potrzebne w mniejszych ilościach. Pełnią one w organizmie wiele funkcji:

- wapń, fosfor, magnez, siarka, fluor są materiałem budulcowym kości, zębów, skóry, włosów, paznokci, tkanek miękkich;
- żelazo wchodzi w skład hemoglobiny (składnika krwi) oraz mioglobiny (występuje w mięśniach);
- żelazo, cynk, miedź, molibden, mangan, selen są częścią enzymów, cynk i jod hormonów, kobalt witaminy B12;
- wapń i magnez uczestniczą w wielu procesach w organizmie, m.in. w kurczliwości mięśni czy przewodnictwie nerwowym;

- sód, potas i chlor biorą udział w procesach trawienia, wchłaniania i wydalania, utrzymują stały odczyn tkanek i cieczy oraz regulują krążenie cieczy ustrojowych;
- wapń, magnez, sód i potas oddziałują na prawidłowe funkcjonowanie niektórych narządów, układów i gruczołów wydzielania wewnętrznego.

Składniki mineralne dostarczane wraz z pożywieniem mają **charakter kwasotwórczy** lub **zasadotwórczy**. Do prawidłowego funkcjonowania organizmu niezbędne jest utrzymanie równowagi kwasowo-zasadowej, czyli odpowiedniego odczynu płynów ustrojowych, zwłaszcza krwi (pH 7,35–7,45).

Pierwiastki kwasotwórcze (niemetale – głównie fosfor, chlor i siarka) występują zwłaszcza w mięsie, drobiu, rybach, jajach i produktach zbożowych (mąka, kasze, pieczywo, makarony). Są to tzw. produkty zakwaszające. Wykorzystanie składników mineralnych z przetworów zbożowych jest ograniczone, ponieważ część z nich jest związana z błonnikiem i kwasami fitynowymi, co powoduje, że organizm człowieka ich nie trawi.

Pierwiastki zasadotwórcze (metale – głównie wapń, sód, potas i magnez) występują w przeważającej ilości w mleku, serach twarogowych, warzywach, owocach. Są to tzw. produkty odkwaszające (alkalizujące). Od wzajemnych proporcji tych produktów w diecie zależy oddziaływanie spożywanego jedzenia na odczyn płynów ustrojowych. Organizm tylko w określonym stopniu może sam go regulować. Zakwaszenie organizmu jest przyczyną zmęczenia, senności, bólów głowy, podatności na infekcje, a także niezdrowego wyglądu skóry. Planując wyżywienie, należy dbać o to, by w diecie znalazła się odpowiednia ilość produktów zasadotwórczych.

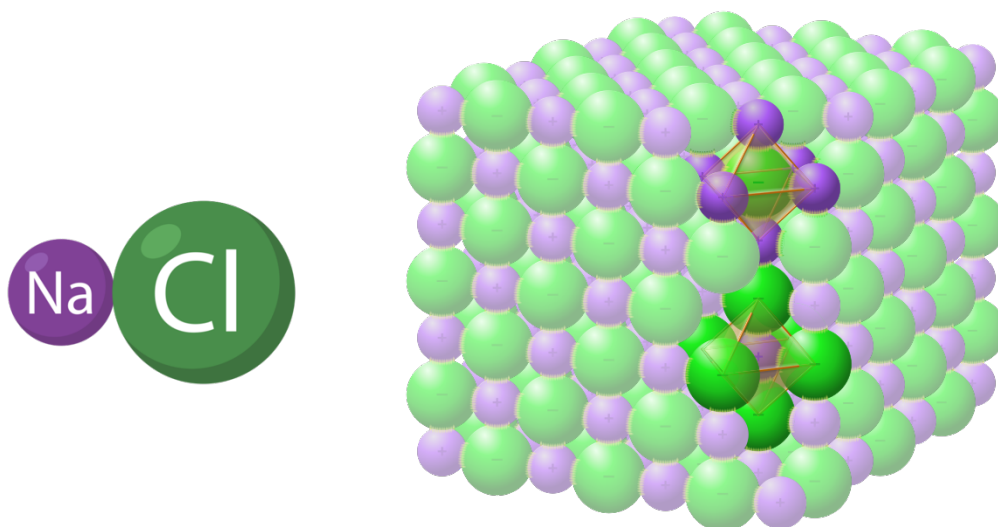
Składniki mineralne w ustroju człowieka są zawsze rozpuszczone w wodzie, dlatego gospodarka wodna i gospodarka składnikami mineralnymi ściśle się ze sobą wiążą. Woda może stanowić 45– 75% masy ciała, u osób dorosłych jest to zwykle około 60%. W płynach ustrojowych w największej ilości występują sód, chlor i potas.

Doskonałymi źródłami wody bogatej w makro- i mikroelementy są naturalne wody mineralne, wody źródlane, soki owocowe i warzywne, mleko i napoje mleczne. Na stężenie składników mineralnych w wodzie pitnej największy wpływ ma jej pochodzenie (gleby otaczające źródła wodociągowe), a

także gotowanie, które może obniżać zawartość niektórych pierwiastków (wapnia, cynku). Napoje takie jak herbata czy piwo noszą nazwę bezelektrolitowych, ponieważ zawartość jonów jest w nich znikoma.

1.2. Chlorek sodu; maksymalne dzienne spożycie

Chlorek sodu (Rys. 1) jest krystalicznym związkiem chemicznym, zwyczajowo nazywanym solą kuchenną, składającym się z kationów sodu i anionów chlorkowych. Sód odpowiedzialny jest za transport składników odżywczych (aminokwasów, węglowodanów, witamin) w tkankach. Utrzymuje równowagę kwasowo-zasadową, reguluje gospodarkę wodno-elektrolitową organizmu oraz zapewnia właściwe przewodzenie impulsów nerwowych i prawidłową czynność komórek mięśniowych. Natomiast chlor jest głównym anionem płynów pozakomórkowych, występuje w soku żołądkowym i ślinie (gdzie pełni rolę aktywatora amylazy). Uczestniczy także w regulacji gospodarki wodnej i równowagi kwasowo-zasadowej.



Rys. 1 Budowa chemiczna oraz struktura krystaliczna chlorku sodu

Poza wieloma zaletami, z punktu widzenia biochemicznego, sól kuchenna, a głównie jej składnik – kation sodu, może stanowić źródło poważnych zagrożeń, kiedy spożywana ilość soli jest zbyt duża oraz kiedy jest stosowana zbyt często.

Pomimo wielu działań propagujących zdrowy styl życia i racjonalne odżywianie, konsumenci nie są świadomi wysokiej zawartości sodu w codziennych racjach pokarmowych. Sód jest dostarczany do organizmu człowieka głównie (około 90%) w postaci soli kuchennej, która jest podstawowym dodatkiem do żywności, stosowanym jako konserwant, dodatek technologiczny lub

substancja poprawiająca smak. Zaledwie 10% chlorku sodu dostarczamy z nieprzetworzonych produktów spożywczych, gdzie występuje on w charakterze naturalnego składnika (warzyw, mleka, mięsa czy ryb). 50-60% pochodzi z dodatku w procesach kulinarnych i doprawiania żywności przy stole, 30- 40% z produktów przetwarzanych przemysłowo.

Według zaleceń Światowej Organizacji Zdrowia (WHO), maksymalne dzienne spożycie soli ze wszystkich źródeł nie powinno przekraczać 5 g, co równa się 2 g sodu. Często pojęcia sól i sól są stosowane jako synonimy, jednak z chemicznego punktu widzenia sól zawiera ok. 39% wagowych sodu. W związku z tym 1 g soli zawiera 0,4 g sodu.

Dieta składająca się w większości z nieprzetworzonych produktów pochodzenia roślinnego (bez dodatku soli) dostarcza około 0,6 g sodu dziennie. Obserwowana w ostatnich latach zmiana sposobu żywienia, związana z ogólną zmianą stylu życia spowodowała, szczególnie w społeczeństwach krajów wysoko rozwiniętych, zwiększenie spożycia produktów wysoko przetworzonych, zawierających duże ilości dodatkowej soli. Wynika z tego fakt spożywania przez statystycznego Europejczyka nadmiernych ilości chlorku sodu, szacowanych na około 10 - 15 g na dobę.

Najistotniejsze konsekwencje zdrowotne długoterminowego spożywania nadmiernych ilości chlorku sodu to podwyższenie ciśnienia tętniczego krwi, a w związku z tym zwiększone ryzyko wystąpienia chorób sercowo-naczyniowych i chorób nerek. Poza tym, nadmierne spożywanie sodu może prowadzić do uszkodzenia śluzówki żołądka i pojawienia się metaplazji jelitowej, która może być przyczyną zmian nowotworowych w żołądku i przełyku. Na skutek wydalania przez nerki nadmiaru spożytego sodu wraz z wapniem, istnieje także zwiększone ryzyko powstania osteoporozy, ponieważ na każde 500 mg Na^+ tracone jest około 10 mg Ca^{2+} .

Częściej obserwowanym zjawiskiem jest nadmierne pobieranie chlorku sodu do organizmu, natomiast niedobory są związane z jego znacznymi stratami przy wzmożonym wysiłku fizycznym, intensywnym poceniu się, a także nasilonych biegunkach czy wymiotach. Ponadto przy niewłaściwym stosowaniu leków moczopędnych i nadużywaniu środków przeczyszczających następuje utrata jonów Na^+ . Skutkiem jest przemieszczanie się wody ze zwiększoną różnicą stężeń osmotycznych między płynami przestrzeni wewnątrzkomórkowej i zewnątrzkomórkowej, co może spowodować obrzęk komórek.

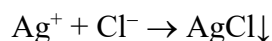
Zawartość soli (jonów chlorkowych) w produktach spożywczych może być oznaczana argentometrycznie za pomocą **metody Mohra** lub **metody Volharda**.

1.3. Argentometryczne oznaczanie jonów chlorkowych

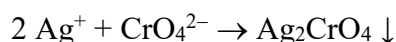
1.3.1. Oznaczanie chlorków za pomocą metody Mohra

Zasada oznaczenia

Metoda Mohra polega na bezpośrednim miareczkowaniu obojętnego roztworu chlorku mianowanym roztworem AgNO_3 w obecności K_2CrO_4 jako wskaźnika. Gdy praktycznie cała obecna w roztworze ilość jonów chlorkowych Cl^- wydzieli się w postaci chlorku srebra:



Nadmiar roztworu AgNO_3 wytrąca chromian srebra, którego **czteronastobrunatne zabarwienie** wskazuje końcowy punkt miareczkowania.



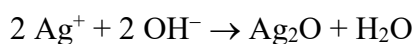
Odczyn roztworu powinien być obojętny, ponieważ w roztworze kwaśnym jony wodorowe łączą się z jonami CrO_4^{2-} , tworząc jony HCrO_4^- i $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$



Powoduje to zmniejszenie stężenia jonów CrO_4^{2-} , a w bardziej kwaśnych roztworach osad nie wytrąca się wcale.

Ag_2CrO_4 , jako sól słabego kwasu, ulega rozpuszczeniu w kwaśnych roztworach.

W roztworach silnie zasadowych ($\text{pH} > 10,5$) następuje wytrącanie osadu Ag_2O :



Metody Mohra nie można stosować do oznaczania chlorków w obecności anionów tworzących w roztworach obojętnych trudno rozpuszczalne sole srebrne (Br^- , I^- , AsO_4^{3-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-}),

kationów tworzących trudno rozpuszczalne chromiany (Ba^{2+} , Pb^{2+}) oraz substancji redukujących AgNO_3 do srebra metalicznego (np. Fe^{2+}).

Metodą Mohra można oznaczać bromki. Nie można jednak oznaczać jodków i tiocyjanianów, gdyż jodek i tiocyjanian srebra silnie adsorbują jony chromianowe, przez co punkt równoważności nie jest wyraźny. Metodę tę można stosować do oznaczania srebra przez dodanie nadmiaru mianowanego roztworu NaCl , który odmiareczkowuje się roztworem AgNO_3 .

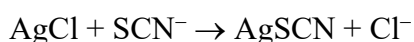
1.3.2. Oznaczanie chlorków za pomocą metody Volharda

Zasada oznaczenia

Metoda Volharda polega na dodaniu nadmiaru mianowanego roztworu AgNO_3 do zakwaszonego kwasem azotowym roztworu chlorków. Nadmiar AgNO_3 odmiareczkowuje się mianowanym roztworem KSCN lub NH_4SCN w obecności ałunu żelazowo-amonowego jako wskaźnika. Po wytrąceniu srebra kropla nadmiaru roztworu tiocyjanianu powoduje powstawanie różowego zabarwienia, ponieważ tworzy się czerwony kompleks FeSCN^{2+} .

Zawartość chlorków oblicza się z różnicy początkowej objętości roztworu AgNO_3 i objętości dodanego nadmiaru, którą określa się na podstawie zużytej objętości roztworu tiocyjanianu. Dużą zaletą metody Volharda jest możliwość miareczkowania chlorków w środowisku kwaśnym. Nie zawsze można tak zubożyć roztwór jak, tego wymaga metoda Mohra. W metodzie Volharda nie przeszkadzają takie aniony, jak PO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ lub AsO_4^{3-} oraz kationy, które ulegają hydrolizie, np. Al^{3+} , Fe^{3+} .

W metodzie Volharda miareczkowany roztwór znajduje się w zetknięciu z dwoma osadami: AgCl i AgSCN o różnej rozpuszczalności (AgSCN jest trudniej rozpuszczalny niż AgCl). Po odmiareczkowaniu więc AgNO_3 tiocyjanianem, nadmiar dodanego NH_4SCN zaczyna reagować z uprzednio wytrąconym AgCl , na skutek czego roztwór odbarwia się w ciągu około minuty.



Na skutek powyższej reakcji zużycie tiocyjanianu jest znacznie większe niż to konieczne do osiągnięcia punktu równoważności. Aby tego uniknąć dodaje się niewielką ilość nitrobenzenu i „wyklóca” zawiesinę. Nitrobenzen ulega silnej adsorpcji na powierzchni cząstek osadu, lepiej zwilża osad niż woda i oddziela fazę stałą od roztworu wodnego, uniemożliwiając tym samym reakcję jonów SCN^- z AgCl . Ponadto nitrobenzen zapobiega adsorpcji AgNO_3 na osadzie AgCl .

1.4. Oznaczanie zawartości dwutlenku siarki w winie

Konsumpcja wina zarówno w Polsce, jak i na świecie, od kilkunastu lat systematycznie rośnie, a szczególny wzrost zainteresowania tym napojem notowany jest od 1991 roku, kiedy w sposób naukowy poruszono kwestię znaczenia spożycia wina w profilaktyce większości niezakaźnych chorób cywilizacyjnych. W Polsce w 2007 roku wartość rynku wina zwiększyła się o ponad 20% w stosunku do roku 2006. Zaobserwowano, iż Polacy najczęściej kupują wina pochodzące z Bułgarii, Francji, Węgier oraz Niemiec. Coraz większą popularność w Polsce zyskują również wina z tzw. Nowego Świata (Chile, Argentyna, RPA). Wykazano, iż popularne wina stanowią znaczące źródło siarczynów w diecie mieszkańców Włoch i Francji.

Dwutlenek siarki to bezbarwny gaz o ostrym, gryzącym i duszącym zapachu, silnie drażniący drogi oddechowe. Ma własności bakteriobójcze i pleśniobójcze. Stosowany jest jako konserwant (E220), szczególnie powszechnie do win, także tych markowych.

W produkcji wina jego zadaniem jest przedłużenie trwałości tego napoju poprzez hamowanie rozwoju rozmaitych drobnoustrojów oraz przeciwdziałanie procesom utleniania. Zgodnie z obowiązującym w Polsce prawem producent wina ma obowiązek umieszczania na etykiecie (bądź kontr-etykiecie) informacji o zawartości SO_2 , oznaczanego także symbolem E220, przekraczającej 10 mg/dm^3 w oferowanym winie. Maksymalna dopuszczalna zawartość SO_2 w winach wynosi natomiast 150 mg/dm^3 dla win czerwonych i 200 mg/dm^3 dla win białych i różowych.

Siarkownie wykonuje się rutynowo na trzech etapach produkcji wina. Po raz pierwszy dodaje się SO_2 już podczas wstępnego zgniatania lub tłoczenia winogron. Można z tego zrezygnować w przypadku całkowicie zdrowych i idealnie dojrzałych winogron, gdy ich przerób odbywa się w niskiej temperaturze i bez dostępu tlenu (np. w atmosferze CO_2). Drugi raz z reguły po zakończeniu fermentacji alkoholowej lub malolaktycznej, a trzeci – przed samym butelkowaniem. W przypadku naturalnej fermentacji stosuje się również siarkowanie moszczu w celu selekcji dzikich drożdży. Czasem zdarza się konieczność dodatkowego siarkowania, gdyż SO_2 jest antidotum na wiele wad i chorób wina.

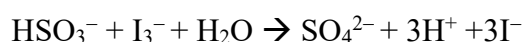
Siarczyny zawarte w codziennej diecie człowieka mogą być przyczyną rozmaitych niekorzystnych reakcji ze strony układu immunologicznego. Z badań naukowych wynika, że nadmiar dwutlenku siarki w spożywanych produktach może obniżać ciśnienie tętnicze, a także wywoływać zapalenie oskrzeli. Związek niszczy również witaminy, które dostarczamy z pożywieniem, zwłaszcza A, B1 oraz B12. Dwutlenek siarki może też blokować przyswajanie kwasu

foliowego, który dba o prawidłowy przebieg procesów metabolicznych, uczestniczy w powstawaniu czerwonych krwinek, a także usprawnia funkcjonowanie układu pokarmowego a przede wszystkim jest niezbędna do prawidłowego rozwoju systemu nerwowego płodu.

Unia Europejska uruchomiła projekt, którego celem jest opracowanie nowych technik, które zastąpią kontrowersyjny związek. Pod uwagę bierze się wykorzystanie ekstraktów roślinnych o wysokich właściwościach przeciwutleniających i przeciwdrobnoustrojowych, a także opracowanie metod przetwarzania i pakowania w atmosferze o obniżonej zawartości tlenu.

Tradycyjnie stosowane sposoby oznaczania SO₂ w winach, jak metoda jodometryczna i destylacyjna, zastępowane są obecnie w analizie przemysłowej, metodami potencjometrycznymi, a także metodami opartymi na pomiarach z wykorzystaniem sensorów optycznych, chemicznych oraz piezoelektrycznych, co m.in. znacznie skraca całkowity czas analizy, umożliwia analizę *in situ* i obniża granicę detekcji SO₂ w winach gronowych i owocowych.

Metoda jodometryczna jest oparta na reakcji redoks, w której dwutlenek siarki w postaci wodorosiarczynu jonów reaguje z jodem w następujący sposób:



Nieprzereagowany jod tworzy niebieski kompleks ze wskaźnikiem skrobi oznaczając punkt końcowy. Dodanie wodorowęglanu sodu przed rozpoczęciem miareczkowania tworzy obojętny gaz - dwutlenek węgla, który pozwala uniknąć zakłóceń powodowanych przez tlen z powietrza.

Czerwone wino może wymagać odbarwienia węglem aktywnym przed wykonaniem miareczkowania. Pigmenty barwiące w winach czerwonych mogą wpływać na wynik, więc ta metoda sprawdza się najlepiej w przypadku win białych i lekko barwnych.

Przy ustalaniu łącznej zawartości dwutlenku siarki, próbkę poddaje się obróbce za pomocą roztworu wodorotlenku sodu do uzyskania wysokich wartości pH. Powoduje to, że chemicznie związane formy dwutlenku siarki są dostępne w roztworze w postaci wolnego dwutlenku siarki. Istotne jest, aby miareczkować do punktu końcowego, gdzie niebieski kolor utrzymuje się przez 30 sekund, aby upewnić się, że wszystkie formy dwutlenku siarki w roztworze przereagowały.

2. Część eksperymentalna

2.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie Studentów z rolą i znaczeniem nieorganicznych związków chemicznych w diecie człowieka oraz przeprowadzenie oznaczania chlorków w soku z kapusty kiszzonej, ogórków kiszonych, pomidorów oraz pieczywie metodą Mohra oraz sprawdzenie zawartości dwutlenku siarki w winie.

2.2. Oznaczanie chlorków metodą Mohra

Analizowane produkty spożywcze

- sok z kapusty kiszzonej
- sok z ogórków kiszonych
- sok z pomidorów
- chleb
- ketchup

Odczynniki chemiczne:

- 0,1 M roztwór NaOH
- 5% roztwór K_2CrO_4
- 0,1 M roztwór $AgNO_3$
- 2 % roztwór fenoloftaleiny w etanolu

Szkło laboratoryjne, sprzęt i akcesoria:

- kolba stożkowa 100 ml 15 szt.
- kolba stożkowa 250 ml 4 szt.
- kolba miarowa 100 ml 3 szt.
- kolba miarowa 250ml 1szt.
- pipeta 1 ml 2 szt.
- pipeta 10 ml 3 szt.
- pipeta 20 ml 2 szt.
- pipeta Pasteura z gumką 2 szt.
- cylinder miarowy 50 ml 1 szt.
- biureta 1 szt.
- lejek do biurety 1 szt.
- zlewka 100 ml 6 szt.



Analiza Żywności

4. Oznaczanie związków nieorganicznych w produktach spożywczych

- zlewka 50ml 3x
- płyta grzejna 2 szt.
- moździerz

Wykonanie:

a) **Wstępne przygotowanie:** Do kolb stożkowych poj. 100 ml pobrać po 10 ml soku z kiszzonej kapusty i ogórków. 20 ml soku pomidorowego odwirować i pobrać 10 ml klarownego supernatantu do kolby stożkowej poj. 100 ml. Do wszystkich kolb dodać 50 ml wody destylowanej i ogrzać do wrzenia. Po ostudzeniu do temperatury pokojowej przeprowadzić miareczkowanie roztworem NaOH wobec fenoloftaleiny. Obliczyć kwasowość soku jako % kwasu mlekowego ($M_{\text{kwasu mlekowego}} = 90 \text{ g/mol}$). Oznaczenie dla każdej próbki wykonać w trzech powtórzeniach. Jako wynik końcowy przyjąć wartość średnią z trzech wykonanych miareczkowań.

b) **Oznaczenie właściwe:** do kolby miarowej poj. 100 ml odmierzyć 10 ml soku, dodać taką samą (uśrednioną) objętość NaOH, jaką zużyto na miareczkowanie w pkt. a (nie dodawać fenoloftaleiny). Całość uzupełnić do kreski wodą. Pobrać 20 ml tak zobojętnionego i rozcieńczonego soku do kolby stożkowej poj. 250 ml. Dodać 1 ml K_2CrO_4 jako wskaźnika. Miareczkować roztworem AgNO_3 do wystąpienia trwałej barwy brunatno-czerwonej powstałego chromianu srebra.

- Badaną próbę pieczywa **wysuszoną do stałej masy** zemleć w moździerzu, a następnie odważyć 10 g z dokładnością do 0,1 g w zlewce poj. 50 ml.
- Próbę przenieść przy pomocy ok. 100 ml wody destylowanej o temp. 60°C do kolby miarowej pojemności 250 ml. Kolbę zakorkować i wstrząsać na wytrząsarce przez 15 min., po czym wstawić na 15 min. do łaźni wodnej o temperaturze 60°C i wstrząsać co kilka minut. Próbę ostudzić, dopełnić wodą do kreski i przesączyć przez sączek karbowany.
- Do 3 kolb stożkowych poj. 250 ml odmierzyć po 25 ml przesączu, dodać po 3 krople fenoloftaleiny do każdej i miareczkować 0,1 M roztworem NaOH do lekko różowego zabarwienia. Następnie do kolb dodać po 0,5 ml nasyconego chromianu (VI) dipotasu i niezwłocznie miareczkować 0,1 M roztworem azotanu (V) srebra, aż do osiągnięcia trwałego, ceglastoczerwonego zabarwienia.

Obliczenie wyników:

Wynik miareczkowania przeliczyć na chlorek sodu. Procentową zawartość chlorku sodu w badanym soku obliczyć uwzględniając objętość użytego do miareczkowania roztworu azotanu srebra, jego stężenie i rozcieńczenie badanego soku w roztworze miareczkowanym.



1 ml 0,1 M roztworu AgNO_3 odpowiada 5,85 mg NaCl lub 3,55 mg Cl

Schemat rozcieńczeń:

10 ml $\rightarrow$ 100 ml

$\downarrow$ 20 ml

2.3. Oznaczanie SO_2 w winie

Analizowane produkty spożywcze

- wino (różne rodzaje)

Odczynniki chemiczne:

- Jod, roztwór do miareczkowania o stężeniu 0,01 mol/l (w postaci płynu Lugola)
- Kwas siarkowy, roztwór 10 % ($V=1$ l)
- Skrobia rozpuszczalna, roztwór 20 g/l (2 g/100 ml)
- Sól diodowa kwasu etylenodiaminocteroctowego (di-Na-EDTA), roztwór 30 g/l, (3 g/100 ml)
- Wodorotlenek sodu, roztwór 4 mol/l; (16 g/l)

Szkło laboratoryjne, sprzęt i akcesoria:

- kolba stożkowa 250 ml (2 sztuki)
- cylinder 50 ml
- cylinder 250 ml
- zestaw do miareczkowania: biureta, lejek, zlewka
- pipety wielomiarowe na 1 ml (2 szt.), 10 ml (2 szt.), 25 ml (1 szt.)

Wykonanie :

Ćwiczenie podzielone jest na dwie części:

1) Oznaczenie zawartości wolnego dwutlenku siarki:

Bezpośrednio po otwarciu butelki pobrać pipetą 50 cm³ wina do kolby stożkowej o pojemności 500 cm³ z korkiem na szlif, następnie dodać 3 cm³ kwasu siarkowego (VI), po 1 cm³ roztworów di-Na-EDTA i skrobi rozpuszczalnej. Od razu miareczkować roztworem jodu do pojawienia się sinofioletowej barwy, utrzymującej się przez 15 sekund. Objętość roztworu jodu użytego do miareczkowania oznaczyć jako V_1 .

2) Oznaczenie zawartości związanego dwutlenku siarki:

Natychmiast po zmiareczkowaniu wolnego ditlenku siarki dodać do tej samej próbki 8 cm³ roztworu wodorotlenku sodu, zakryć korkiem, wymieszać i odstawić na 5 minut. Następnie dodać 10 cm³ kwasu siarkowego (VI) i niezwłocznie miareczkuje roztworem jodu do pojawienia się sinofioletowej barwy nie znikającej w ciągu 15 sekund. Objętość zużytego titranta oznaczyć jako V₂. Do tej samej próbki dodać 20 cm³ roztworu wodorotlenku sodu, wymieszać, zamknąć korkiem i odstawić na 5 minut. Po tym czasie dodać do badanego roztworu 200 cm³ chłodnej wody destylowanej, dokładnie wymieszać, następnie dodać 30 cm³ roztworu kwasu siarkowego i niezwłocznie miareczkować roztworem jodu. Objętość roztworu jodu zużytego do miareczkowania oznaczyć jako V₃.

Obliczenie wyniku:

Zawartość wolnego (X₁) i ogólnego (X₂) dwutlenku siarki [mg/L] obliczyć ze wzorów:

$$X_1 = 0,64 \cdot 1000 \cdot V_1 / 50$$

$$X_2 = 0,64 \cdot 1000 \cdot (V_1 + V_2 + V_3) / 50$$

Gdzie:

- 0,64 – ilość SO₂ odpowiadająca 1mL jodu;
- V₁ – ilość roztworu jodu zużytego na zmiareczkowania wolnego SO₂;
- V₂, V₃ – ilość roztworu jodu zużytego na zmiareczkowanie związanego SO₂;
- 50 – objętość wina użyta do oznaczeń

3. OPRACOWANIE WYNIKÓW

Sprawozdanie powinno zawierać:

- cel ćwiczenia
- syntetyczny opis części eksperymentalnej (w postaci schematu),
- zestawienie uzyskanych wyników (w postaci odpowiednio opisanych tabel),
- przykładowe obliczenia wraz z opracowaniem statystycznym,
- dyskusję otrzymanych rezultatów (z odniesieniem do danych literaturowych).

4. LITERATURA

1. Anna Buczek, Jowita Jankowska, Dorota Jarosz, Anna Kalata, Andrzej Ociepa, Mikołaj Protasowicki, Hanna Staszewska: Dwutlenek Siarki W Krajowych I Importowanych Napojach Alkoholowych, *Folia Pomer. Univ. Technol. Stetin.* 2010, Agric., Aliment., Pisc., Zootech. 281 (16), 13–18
2. Beata Sperkowska, Grzegorz Bazylak: Ocena Zawartości Dwutlenku Siarki W Popularnych Białych Winach Pochodzenia Zagranicznego, *Bromat. Chem. Toksykol.* – Xlii, 2009, 3, Str. 1067 – 1072
3. Brzozowska A. (Red.), *Składniki Mineralne W Żywieniu Człowieka*. Wydawnictwo Ae W Poznaniu, Poznań, 1990.
4. Kaźmierczak M., *Wyroby cukiernicze. Tom II Technologie produkcji cukierniczej*. Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne Sp. z o.o., Warszawa, 2014. Dostęp on-line http://sklep.wsip.pl/uploads/tx_evosenk/table_of_contents/upload_temp_ppvetw.pdf (30.01.2016)
5. Klepacka M. (red.), *Analiza żywności*, Fundacja Rozwój SGGW, Warszawa 2005.
6. Krełowska-Kulas M., *Badanie jakości produktów spożywczych*, PWE, Warszawa, 1993.
7. Kumirska J., Gołębiowski M., Paszkiewicz M., Bychowska A., *Analiza żywności*, skrypt elektroniczny dla studentów Ochrony Środowiska Wydziału Chemii Uniwersytetu Gdańskiego, 2010, ISBN 978-83-7326-711-4, Wydawnictwo Uniwersytetu Gdańskiego, Gdańsk 2010.
8. Michalak-Majewska M., Gustaw W., Zalewska-Korona M., Jabłońska-Ryś E., Sławińska A., Radzki W., Skrzypczak K., Ciołkowska A., *Zawartość chlorku sodu w wybranych warzywach konserwowanych oraz ich udział w realizacji dziennego maksymalnego spożycia soli. w książce Trendy w żywieniu człowieka (Karwowska M., Gustaw W. red.)*, Wydawnictwo Naukowe PTTŻ, Kraków, 2015. str. 203-212.
9. PN-90/A-75101.23 *Przetwory owocowe i warzywne – Przygotowanie próbek i metody badań fizykochemicznych – Oznaczanie zawartości dwutlenku siarki*.
10. Replacement of sulphur dioxide (SO₂) in food keeping the same quality and shelf-life of the products, cordis.europa.eu
11. ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 606/2009 z dnia 10 lipca 2009 ustanawiające niektóre szczegółowe zasady wykonania rozporządzenia Rady (WE) nr 479/2008 w odniesieniu do kategorii produktów winiarskich, praktyk enologicznych i obowiązujących ograniczeń.
12. ROZPORZĄDZENIE MINISTRA ROLNICTWA I ROZWOJU WSI z dnia 23 grudnia 2014 r. w sprawie znakowania poszczególnych rodzajów środków spożywczych.
13. Sikorski Z.E. *Chemia Żywności*, Wyd. 6, WNT, Warszawa, 2012
14. Wojciech Bosak: *Pozytywna chemia*, www.czaswina.pl