

Зміст

Лабораторна робота 1 Вуглеводи. Якісне визначення моно-, ди- та полісахаридів.....	2
Лабораторна робота 2 Кількісне визначення сахаридів титриметричними методами.....	4
Лабораторна робота 3 Реакції автентичності водорозчинних вітамінів.....	5
Лабораторна робота 4 Методи кількісного визначення інших вітамінів.....	8
Лабораторна робота 5 Отримання дубильних речовин та їх ідентифікація.....	9
Лабораторна робота 6 Кількісний аналіз дубильних речовин на прикладі таніну.....	10
Лабораторна робота 7 Отримання алкалоїдів та їх ідентифікація.....	11
Лабораторна робота 8 Кількісний аналіз алкалоїдів на прикладі кофеїну.....	12

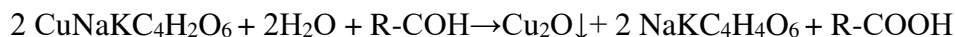
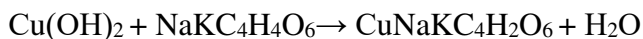
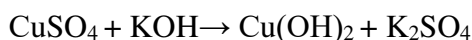
Лабораторна робота 1

Вуглеводи. Якісне визначення моно-, ди- та полісахаридів

Мета роботи: опанувати якісні реакції на вуглеводи

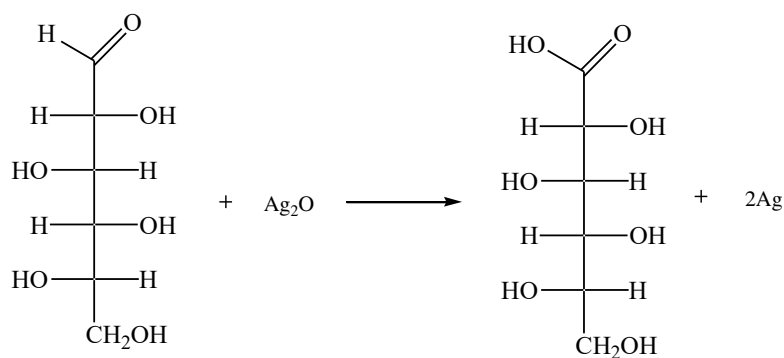
1. Реакція з рідиною Фелінга (суміш $\text{CuSO}_4 + \text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 + \text{KOH}$)

Ця реакція характерна в першу чергу для глюкози.



Методика визначення: У пробірці наливають по X мл (за вказівкою викладача) вуглеводів додають такий же об'єм реактиву Фелінга. Пробірки обережно нагрівають. Відновлені дисахариди, відновлюють реактив Фелінга через гідроксид купруму до оксиду купруму (спостерігають зміну забарвлення). Невідновлені вуглеводи не змінюють забарвлення реактиву Фелінга.

2. Реакція „срібного дзеркала”



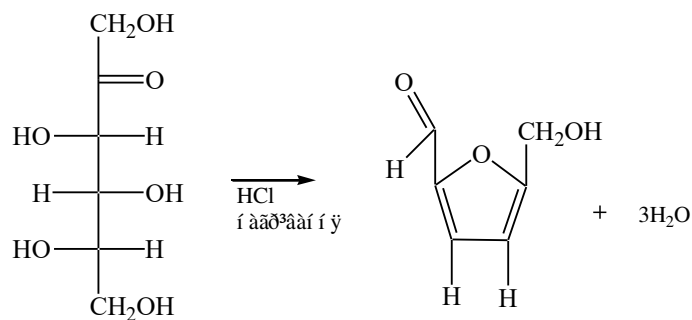
Глюкоза

Глюконова кислота

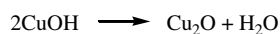
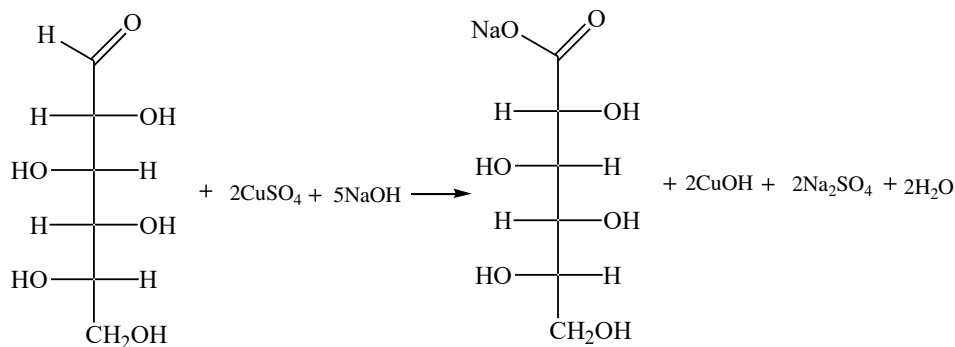
До глюкози додають аміачний розчин Ag_2O . При нагріванні з монозами $\text{Ag}^+ \rightarrow \text{Ag}$ і виділяється на стінках посуду у вигляді срібного дзеркала.

3. Реакція Селіванова

При нагріванні розчину фруктози в $\text{HCl}_{\text{конц.}}$ в присутності резорцину з'являється інтенсивно-червоне забарвлення, а при великих концентраціях - червоний осад оксиметилфурфуролу.



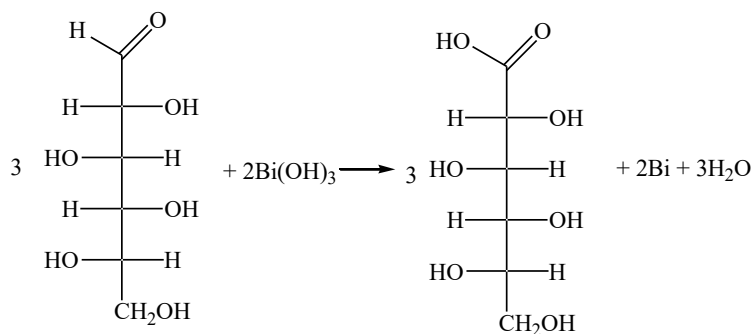
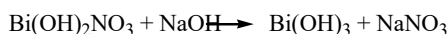
4. Реакція Троммера



Методика визначення: У пробірки наливають по X мл (за вказівкою викладача) вуглеводів додають такий же об'єм натрій гідроксиду і 0,5 мл сульфату купруму до появи блакитного осаду гідроксиду купруму. Усі пробірки обережно нагрівають. Моносахариди і відновлені дисахариди відновлюють гідроксид купруму до закису міді (осад жовтого кольору), який при тривалому нагріванні перетворюється на оксид купруму (осад цеглисто-червоного кольору). Невідновлені вуглеводи не змінюють забарвлення гідроксиду купруму.

5. Реакція Ніландера

У лужному середовищі нітрат гідроксиду вісмуту в присутності гексоз відновлюється до металічного вісмуту:

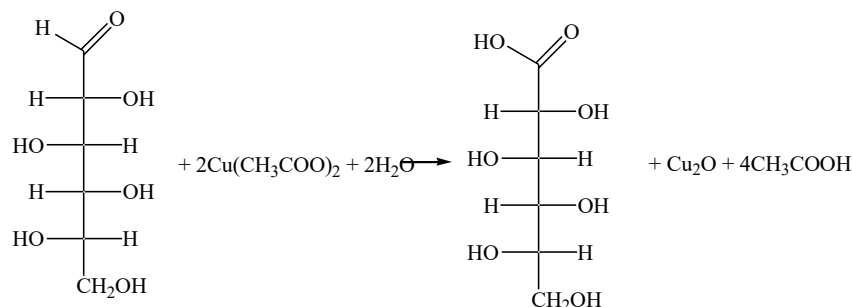


Методика визначення: До X мл (за вказівкою викладача) розчину глюкози додають 1 мл

розчину гідроксиду натрію та на кінчику лопатки нітрат гідроксиду вісмуту. Суміш перемішують та обережно нагрівають у полум'ї горілки. Спостерігається утворення чорного осаду металічного вісмуту.

6. Реакція Барфедда

Гексози в реакції з ацетатом Cu (II) утворюють геміоксид міді.



7. Виявлення сахарози

Методика визначення: Готують розчин харчового цукру. З X мл (за вказівкою викладача) отриманого розчину проводять реакцію Фелінга. Інші X мл отриманого розчину цукру піддають кислотному гідролізу, гідролізат розливають у дві пробірки: в одній після нейтралізації проводять реакцію Фелінга, у другій - реакцію Селіванова.

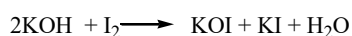
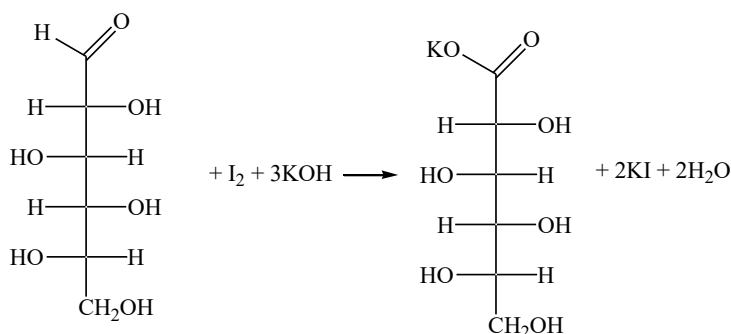
Лабораторна робота 2

Кількісне визначення сахаридів титриметричними методами

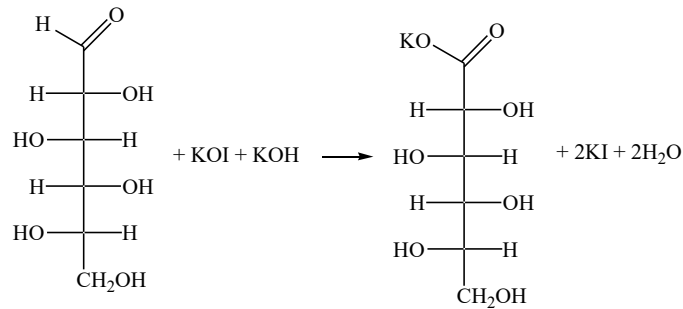
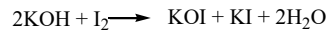
Мета роботи: визначити кількісний вміст редуруючих вуглеводів методами титриметрії

1. Визначення вмісту глюкози у присутності фруктози

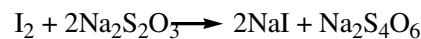
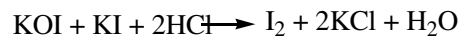
В основі цього методу лежить здатність молекулярного йоду в лужному середовищі окислювати альдегідоспирти.



Дане рівняння є сумарним з наступних реакцій:



При внесенні надлишку йоду, залишок можна визначити в кислому середовищі титруванням тіосульфатом натрію (індикатор – розчин крохмалю):



Методику визначення вмісту глюкози у присутності фруктози надає викладач.

Лабораторна робота 3

Реакції автентичності водорозчинних вітамінів

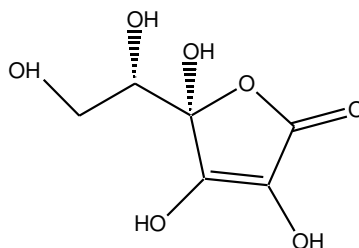
Мета роботи: провести реакції на автентичність водорозчинних вітамінів.

Вітаміни – це органічні сполуки, які є біологічними каталізаторами хімічних реакцій, що перебігають у живих клітинах і приймають участь в обміні речовин, переважно – в складі ферментних систем (**ензімовітаміни**, як правило, водорозчинні речовини). Окрім того, вітаміни можуть виконувати сигнальні функції екзогенних прогормонів і гормонів (**гормоновітаміни** – як правило жиророзчинні речовини).

Вітаміни – це низькомолекулярні органічні сполуки різної хімічної структури, синтезовані, головним чином, рослинами, частково мікроорганізмами. В окремих випадках вітаміни утворюються у тканинах тварин в результаті хімічних перетворень речовин, які є їх попередниками (провітамінами).

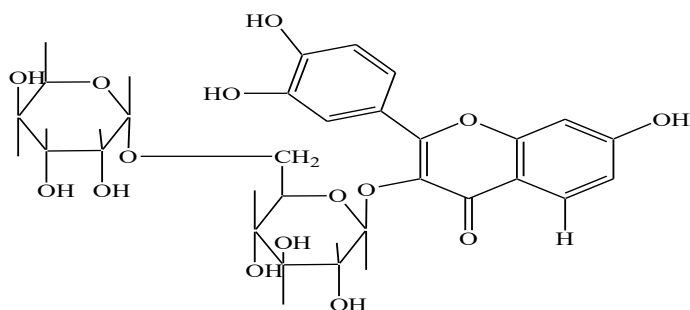
Методики визначення водорозчинних вітамінів надає викладач.

Вітамін С (аскорбінова кислота)



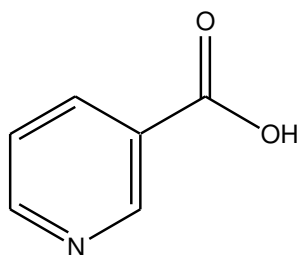
1. Реакція з гексаціаноферратом (III) калію, з'являється синьо-зелене забарвлення.
2. Реакція срібного дзеркала, випадає осад металевого срібла.
3. Реакція знебарвлення, розчин залишається безбарвним.
4. Реакція з 2,6-дихлорфеноліндофенолом, в кислому середовищі колір стає червоним, а при відновленні – втрачає забарвлення.

Вітамін Р (рутин)



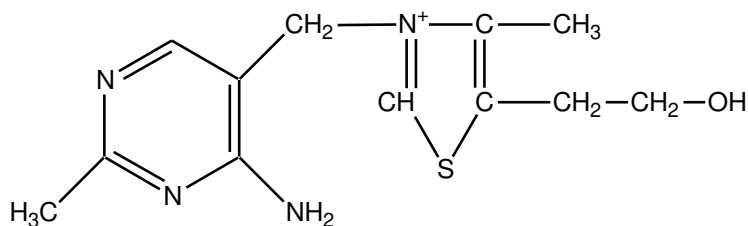
1. Реакція з лугом, з'являється жовто-оранжеве забарвлення.
2. Відновлення воднем, в кислому середовищі мають червоне забарвлення за рахунок утворення пірільєвих солей (ціанінова реакція).
3. Реакція з хлорним залізом, утворюється комплексна сполука, що має зелене забарвлення.

Вітамін РР (нікотинова кислота)



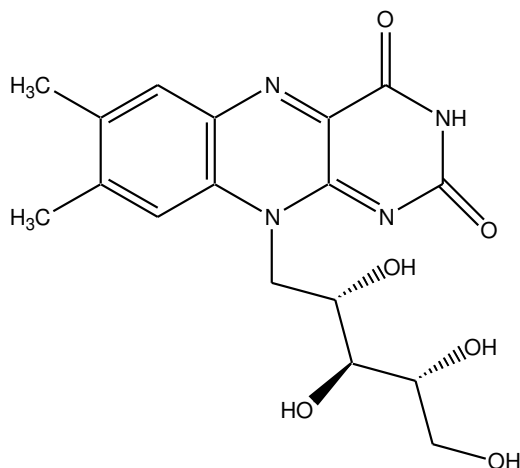
1. Розкладання при нагріванні, характерний неприємний запах.
2. Гідроліз нікотинаміду, у разі нікотинаміду відчувається запах аміаку, а в досліді з нікотиною кислотою запах відсутній.
3. Осадження з металами, випадає осад синього кольору.
4. Реакція з роданід-іонами, утворюється комплексна сіль зеленого кольору.
5. Реакція з реактивом Зоннштейна, випадає жовтий осад.
6. Реакція з реактивом Драгендорфа, випадає червоний осад.

Вітамін В1 (тіамін)



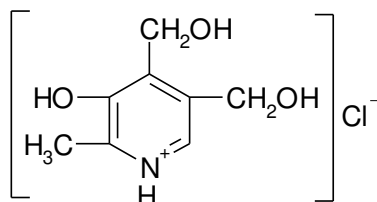
1. Реакція з нітратом срібла, випадає сирнистий осад, не розчинний в нітратній кислоті.
2. Тіохромна проба, спостерігається синя флуоресценція.
3. Реакції осадження, наприклад з реактивом Драгендорфа (жовте забарвлення переходить у чорний колір металічної ртуті), з насиченим розчином хлориду ртуті (II) (білий осад), з розчином йоду (червоно-коричневий осад), з насиченим розчином пікринової кислоти (жовтого осад).
4. Реакція з діазореактивом, червоний колір.

Вітамін В2 (рибофлавін)



1. Реакція відновлення, червоний колір, а потім до безбарвного.
2. Реакція з сірчаною кислотою, з'являється червоне забарвлення, яке переходить в жовте.
3. Реакція з нітратом срібла, з'являється оранжево-червоне забарвлення.

Вітамін В6 (піридоксин)



1. Реакція з хлоридом заліза, спостерігається поява червоного забарвлення.
2. Реакція з фосфоровольфрамовою кислотою, утворюється осад.

Лабораторна робота 4

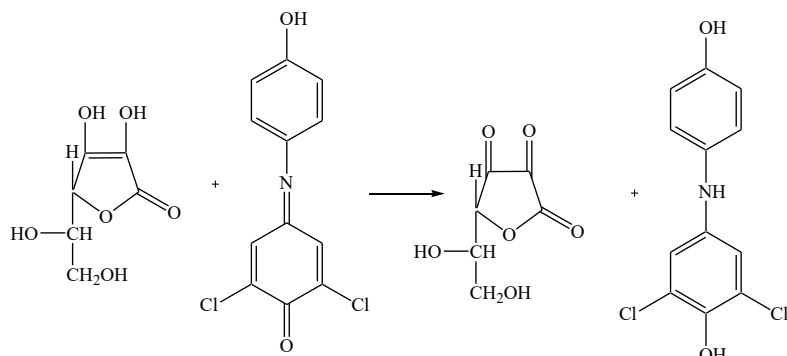
Методи кількісного визначення інших вітамінів

Мета роботи: опанувати методики визначення кількісного вмісту інших водорозчинних вітамінів.

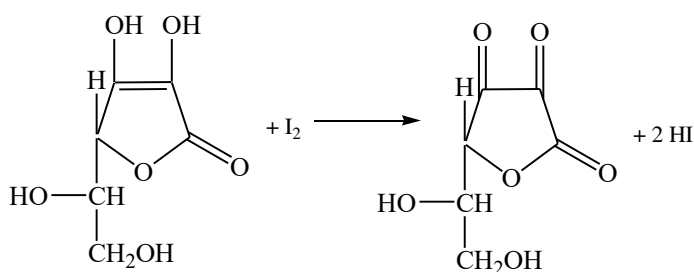
Методики визначення інших водорозчинних вітамінів надає викладач.

Кількісне визначення вмісту вітаміну С

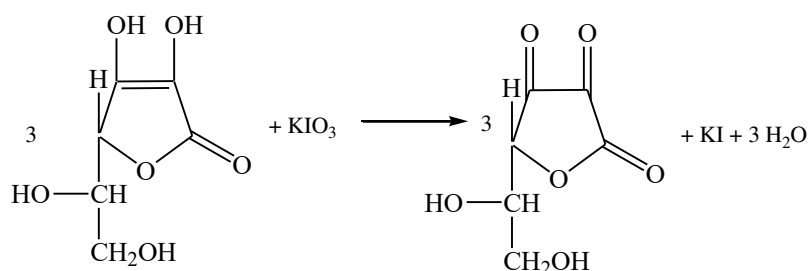
1. Метод Тільманса, в лужному середовищі 2,6-дихлорфеноліндофенол має синє забарвлення, в кислому – червоне, а при відновленні знебарвлюється.

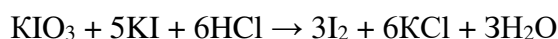


2. Йодометричний метод, без індикатора - жовте забарвлення, якщо з індикатором - синє забарвлення.



3. Йодатометричне визначення, індикатор - синє забарвлення.



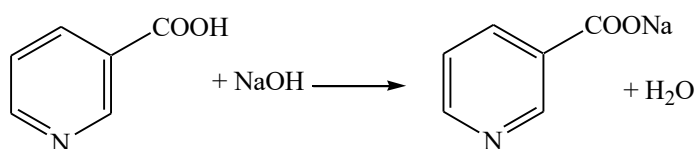


Кількісне визначення вітаміну Р

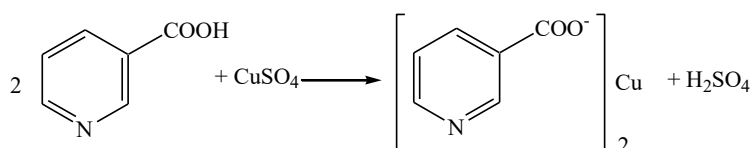
1. Перманганатометричний метод (за Левенталем), стійке жовте забарвлення.

Кількісне визначення вітаміну РР

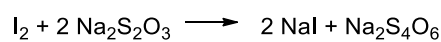
1. Алкаліметричне титрування, індикатор - фенолфталеїн.



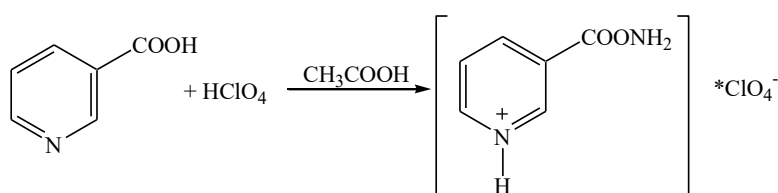
2. Купрійодометричний метод, індикатор – крохмаль.



Після осадження нікотінату міді надлишок сульфату міді визначають йодометрично:



3. Метод неводного титрування, смарагдово-зеленого фарбування (індикатор - кристалічний фіолетовий).



Лабораторна робота 5

Отримання дубильних речовин та їх ідентифікація

Мета роботи: екстрагувати дубильні речовини з рослинної сировини, провести якісні реакції.

Дубильні речовини (таніди) – це комплекс низькомолекулярних та високомолекулярних поліфенолів, що виявляють дубильні властивості, мають в'язучий присмак, осаджують білки та алкалоїди з розведених розчинів. Назву «дубильні речовини» у 1796 р. французький дослідник Ф. Сеген дав речовинам рослинних екстрактів, які здатні дубити і перетворювати не вичищену поверхню шкіри тварин у дублену шкіру.

За вказівкою викладача проводять екстракцію дубильних речовини з рослинної сировини.

Загальні реакції осадження

- Реакція з желатином, з'являється білий осад або помутніння розчину.
- Реакція з солями алкалоїдів, з'являється осад або спостерігається помутніння розчину.
- Реакція з біхроматом калію, спостерігається потемніння розчину або утворення жовто-коричневого осаду.
- Реакція зі свинцем оцтовокислим, з'являється осад.
- Реакція з реактивом Фоліна-Деніса, з'являється синє забарвлення.

Визначення групи дубильних речовин

- Реакція із солями Fe (III), гідролізовані дубильні речовини дають при цьому чорно-синє забарвлення, а конденсовані – чорно-зелене.
- Реакція з розчином ваніліну, при наявності конденсованих дубильних речовин з'являється червоне забарвлення розчину.
- Реакція із бромною водою, конденсовані дубильні речовини утворюють жовтий або помаранчевий осад.
- Реакція Стіасні, при наявності конденсованих дубильних речовин з'являється осад цегляного кольору.
- Реакція з нітритом натрію, при наявності гідролізованих дубильних речовин з'являється карміно-червоне забарвлення розчину.

Лабораторна робота 6

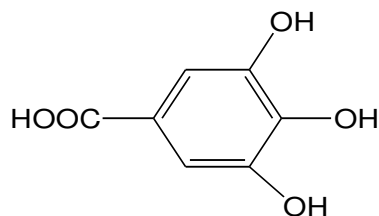
Кількісний аналіз дубильних речовин на прикладі таніну

Мета роботи: провести аналіз кількісного вмісту танінів у рослинній сировині.

Танін осаджує білок, перетворює тваринну шкіру в дублену шкіру, забарвлює розчин хлорного заліза в темний синьо-зелений колір. Наявність декількох фенольних груп дає дубильним речовинам деякі особливості: всі таніди дають зелені, сині або чорні осади з FeCl_3 . Вони осаджують білки, алкалоїди, важкі метали.

Танін – жовтогарячий аморфний порошок без запаху і з в'язким присмаком. Легко розчиняється в воді, спирті, гліцерині, не розчинний в ефірі, хлороформі, жирних маслах. Водні розчини таніну мають кислу реакцію.

При гідролізі таніну утворюється галова кислота і глюкоза.



Галова кислота

Методику перманганатометричне визначення таніну у рослинній сировині надає викладач.

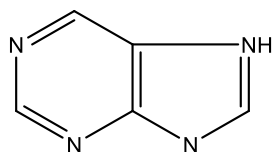
Лабораторна робота 7

Отримання алкалоїдів та їх ідентифікація

Мета роботи: провести якісні реакції на алкалоїди на прикладі кофеїну

Алкалоїди – група нітрогеновмісних органічних сполук природного походження (в основному, рослинного), більшість з яких проявляє властивості слабкої основи. Алкалоїди володіють фізіологічною активністю і тому в великих дозах – це отрути, а в малих сильнодіючі речовини. До алкалоїдів відносяться такі речовини як морфін, кофеїн, кокаїн, стрихнін, хінін, нікотин. Алкалоїдам зазвичай дають назву рослини, з якої вони виділені.

Кофеїн відноситься до групи пуринових алкалоїдів. Пурин – біциклічна система, яка вміщує конденсовані піримідиновий та імідазольний цикли.



пурин

За вказівкою викладача проводять екстракцію алкалоїдів з рослинної сировини.

Якісні реакції на кофеїн

1. Мурексидна проба (характерна для пуринових алкалоїдів). Реакція заснована на руйнуванні молекули пурину при нагріванні з окисником (перекисом водню, бромною водою, нітратною кислотою). Відбувається утворення суміші похідних алоксану та його ізомеру діалурової кислоти. При взаємодії вони утворюють метильовані похідні алоксантину, які під дією надлишку розчину аміаку набувають пурпурно-червоного забарвлення.

Методики визначення реакції надає викладач.

2. Реакція з дубильними речовинами. Реакція заснована на утворення нерозчинних сполук алкалоїдів білого або жовтуватого кольору.

3. Реакція з реактивами Вагнера та Бушарда. З більшістю алкалоїдів в слабкокислих розчинах утворюють періодиди – бурі осади, важкорозчинні у воді.

4. Реакція з реактивом Драгендорфа. Більшість алкалоїдів в слабо кислих розчинах дають помаранчево-червоні або цегляно-червоні осади.

5. Реакція з реактивом Бертрана, з'являється білий осад.

6. Реакція з реактивом Зоненштейна, з'являється жовтуватий осад, що з часом стає синього або зеленого забарвлення внаслідок відновлення молібденової кислоти.

7. Реакція з реактивом Шейблера, з'являється білий аморфний осад.

8. Реакція з реактивом Майєра, утворює осади жовтого або білого кольорів з більшістю алкалоїдів.

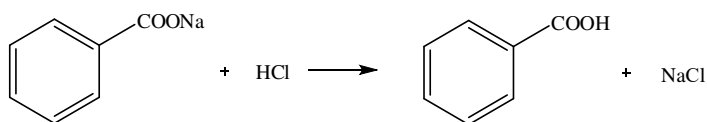
Лабораторна робота 8

Кількісний аналіз алкалоїдів на прикладі кофеїну

Мета роботи: опанувати методики визначення кількісного вмісту кофеїну

Методики визначення кількісного вмісту кофеїну надає викладач.

1. Ацидиметричний метод



Вміст кофеїну розраховують за формулою:

$$W = \left(\frac{M_{\text{коф.}} \cdot C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}}{1000 \cdot m_{\text{нав.}}} \right) \cdot 100$$

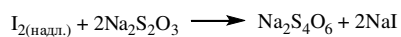
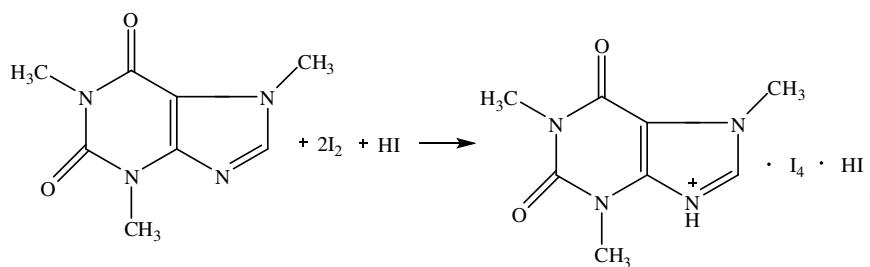
де $M_{\text{коф.}}$ – молярна маса кофеїну бензоату;

C_{HCl} – концентрація соляної кислоти, моль/л;

V_{HCl} – об'єм соляної кислоти, витрачений на титрування, мл;

$m_{\text{нав.}}$ – маса кофеїну, г.

2. Метод окисно-відновного титрування (йодометричний метод)



Вміст кофеїну розраховують за формулою:

$$W = \left(\frac{C(1/2 I_2) \cdot V_{I_2}}{1000} - \frac{C(1/2 Na_2S_2O_3) \cdot V_{Na_2S_2O_3}}{1000} \right) \cdot \frac{M_{\text{коф.}} \cdot 100}{m_{\text{нав.}}}$$

де $M_{\text{коф.}}$ – молярна маса кофеїну;

$C(1/2 I_2)$ та $C(1/2 Na_2S_2O_3)$ – концентрації йоду та тіосульфату відповідно, моль/л;

$V(I_2)$ та $V(Na_2S_2O_3)$ – об'єми йоду та тіосульфату відповідно, мл;

$m_{\text{нав.}}$ – маса кофеїну, г.

ПЕРЕЛІК ЛІТЕРАТУРНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Дуденко Н.В., Павлоцкая Л.Ф. и др. Биологическая химия. – Х.: Прапор, 1999. – 316с.
2. Пивоваров П.П. Теоретична технологія продукції громадського харчування: Навч. посібник. Частина I. Білки в технології продукції громадського харчування / Харк. держ. акад. технол. та орг. харчування. – Харків, 2000. – 116с.
3. Филипович Б.Ю., Егорова Т.А., Севастьянова Г.А. Практикум по общей биохимии. Учеб. пособие для студентов хим. специальностей. Под общ. ред. Ю.Б. Филиповича. – М.: “Просвещение”1988. – 318с.
4. Державна Фармакопея України/Державне підприємство “Науково-експертний фармакопейний центр”.- 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556с.
5. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. – М.: Высшая школа, 1985.
6. Государственная фармакопея X изд. – М.: Медицина, 1968.
7. Государственная фармакопея XI изд. В 2-х т. – М.: Медицина, 1985.
8. Никольский Б.П., Матерова Е.А. Ионоселективные электрода. – Л.: Химия, 1980. – 240 с.
9. Байулеску Г., Кошофрец В. Применение ионселективных мембранных электродов в органическом анализе. – М. Мир,1980. – 230с.