



## Техника и методика лабораторного исследования

### 1.1. Методика приготовления реактивов

Раствор соляной кислоты  $\text{HCl}$  с массовой долей кислоты 1%:  
готовили разбавлением 36%-ной  $\text{HCl}$  в 36 раз.

Раствор щавелевой кислоты  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  с массовой долей кислоты 1%:  
готовили разбавлением 2%-ного раствора. Для приготовления 2%-ного раствора брали навеску щавелевой кислоты массой 2 г и растворяли в 100 мл дистиллированной воды.

Стандартный раствор иодата калия  $\text{KIO}_3$  с эквивалентной молярной концентрацией 0,001 моль/л:  
навеску кристаллического  $\text{KIO}_3$  массой 0,0357 г растворяли в мерной колбе на 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, после растворения доводили объём до метки дистиллированной водой. Перед определением устанавливали точную эквивалентную молярную концентрацию раствора.

Раствор крахмала ( $(\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$ ) с массовой долей 0,5%: 0,5 г растворимого крахмала суспензировали в 10 мл дистиллированной воды и эту взвесь вливали в 90 мл кипящей дистиллированной воды. Раствор перемешивали и охлаждали.

Аскорбиновая кислота  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$  (кристаллическая).

Иодат калия  $\text{KI}$  (кристаллический).

Кварцевый песок.

### 2.2. Определение точной эквивалентной молярной концентрации раствора иодата калия

До проведения анализа предварительно устанавливали точную молярную концентрацию раствора иодата калия. 1 мл раствора  $\text{KIO}_3$  с  $c_{\text{эк}} = 0,001$  моль/л эквивалентен 0,088 мг аскорбиновой кислоты слабой концентрации.

Для этого 1,5 мг (несколько кристалликов) кислоты растворяли в мерной колбе на 50 мл в 1%-ном растворе соляной кислоты и доводили до метки. Затем брали пробу раствора объёмом 20 мл, добавляли каплю крахмала, несколько кристалликов иодида калия и титровали раствором иодата калия до появления синей окраски. По количеству пошедшего на титрование раствора  $\text{KIO}_3$  устанавливали его точную молярную эквивалентную концентрацию.

1 мл 0,001 н. раствора  $\text{KIO}_3$  эквивалентен 0,088 мг аскорбиновой кислоты;

x мл N ( $N - c_{\text{эк}}$ ) раствора  $\text{KIO}_3$  эквивалентно a мг аскорбиновой кислоты.

Отсюда находим эквивалентную концентрацию раствора  $\text{KIO}_3$  по формуле:

$$c_{\text{эк}}(KIO_3) = \frac{0,001 \cdot a}{x \cdot 0,088},$$

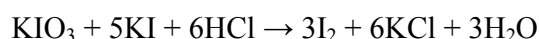
где: а – масса аскорбиновой кислоты, мг;

х – объём раствора  $KIO_3$ , пошедший на титрование, мл.

**Примечание:**

Соляная кислота извлекает из растительных тканей аскорбиновую кислоту и способствует инактивации ферментов. Щавелевая кислота используется для осаждения белков и повышения устойчивости аскорбиновой кислоты в экстракте.

Синее окрашивание появляется по следующим причинам: аскорбиновая кислота связывает  $KIO_3$ . Когда иодата калия становится в избытке, он начинает взаимодействовать с иодистым калием с выделением свободного иода. Химизм процесса представлен в уравнении:



Свободный иод даёт с крахмалом синее окрашивание.

### *2. 3. Методика анализа*

Навеску измельчённой массы (1-3 г для зеленых листьев и 5-10 г для корнеплодов) помещали в фарфоровую ступку. На кончике скальпеля добавляли кварцевый песок и приливали из цилиндра 20 мл 1%-ной соляной кислоты. Содержимое растирали пестиком до гомогенной массы.

Гомогенат из ступки помещали в мерный цилиндр на 100 мл при помощи воронки и стеклянной палочки. Всю посуду споласкивали 1%-ным раствором щавелевой кислоты, сливали в этот же цилиндр и доводили объём раствора до метки щавелевой кислотой. Содержимое оставляли стоять 10-15 минут для лучшей экстракции аскорбиновой кислоты и осаждения белков.

Гомогенат фильтровали через рыхлый фильтр в коническую колбу или стакан на 100 мл. Из фильтрата брали пробу объёмом 10-20 мл, добавляли каплю крахмала, несколько кристалликов иодида калия и титровали раствором  $KIO_3$  до появления синей окраски. Расчёт массы аскорбиновой кислоты (в мг%) вели по формуле:

$$m = \frac{V(KIO_3) \cdot c_{\text{эк}}(KIO_3) \cdot 0,088 \cdot V(\text{общ. раствора})}{0,001 \cdot V_1 \cdot n} \cdot 100\%,$$

где:  $V_1$  – объём раствора, взятого для титрования, мл;

n – масса навески в общем растворе, г;

0,088 – эквивалентная масса  $KIO_3$ ;

0,001 – пересчётный коэффициент;

$V(\text{общего раствора})$  – объём раствора фильтрата, мл.