Potravinářská chemie II - cvičení

Pavel Coufalík

BVCP0222c, jaro 2015

Náplň předmětu

Úloha č. 3

- Stanovení sušiny a popela v potravinách
- Rozklad vzorků potravin pro stanovení kovů

Úloha č. 4

- Stanovení zinku v potravinách

Úloha č. 5

- Fotometrické stanovení dusičnanů v pitné vodě

Úloha č. 6

- Stanovení aminokyselin pomocí papírové chromatografie

Podmínky ukončení:

- Absolvování cvičení
- Vypracování protokolu – struktura:
  jméno, obor a ročník, datum, název úlohy, princip metody, postup, výsledky a výpočty, závěr – shrnutí výsledků

Stanovení minerálních látek

- Úloha č. 3 – příprava vzorku pro stanovení kovů v mineralizátu

- Mineralizace vzorku – kvantitativní převedení stanovované látky do formy potřebné pro stanovení
  1) na suché cestě – zpopelnění → rozpouštění popela → mineralizát
  2) na mokré cestě – rozklad s kyselinami (HNO_3, HCl, H_2SO_4) + teplota, tlak, ultrazvuk, mikrovlnný rozklad→ mineralizát

- Popel – pevný podíl po spálení potravin obsahuje minerální netěkavé složky (typický obsah: obiloviny 0,6-2,5%; maso 0,9-2,5%; ovoce 0,3-1,8%)

- Dříve – jednoduchý ocelový autokláv s teflonovým pouzdrem pro vzorek
- Dnes –přístroje pro řízený rozklad vzorku s kontrolou teploty a tlaku

Úloha č. 3

Stanovení sušiny

- Vzorek se suší při 105°C do konstantní hmotnosti.
- Kádinka se vysuší při teplotě 105°C a po vychladnutí v exsikátoru se zváží. Rychle se do ní naváží 5g vzorku s přesností na desetinu miligramu a suší se 1 hodinu při 105°C. Po 15 minutách chladnutí v exsikátoru se zváží a suší dalších 15 minut. Postup se opakuje, pokud rozdíl mezi dvěma posledními váženími není menší než 1mg.

Stanovení popeloviny

- Navážka vzorku se spálí v muflové peci při 550 °C a po vychladnutí se popel zváží.
- Porcelánový kelímek se vyžíhá a po vychladnutí v exsikátoru se zváží. Do kelímku se naváží 5 g materiálu s přesností na desetinu miligramu. Obsah kelímku se zuhelní plynovým kahanem. Nevyvíjí-li se již dým, kelímek se vloží do muflové pece vyhřáté na 550 °C. Spalování je ukončeno po vymizení černých uhlíkatých částic. Po vychladnutí v exsikátoru se kelímek s popelem zváží. Hmotnost popela se uvádí v % původní hmoty nebo sušiny na dvě desetinná místa.

Úloha č. 3

Rozklad vzorku v peci s mikrovlnným ohřevem

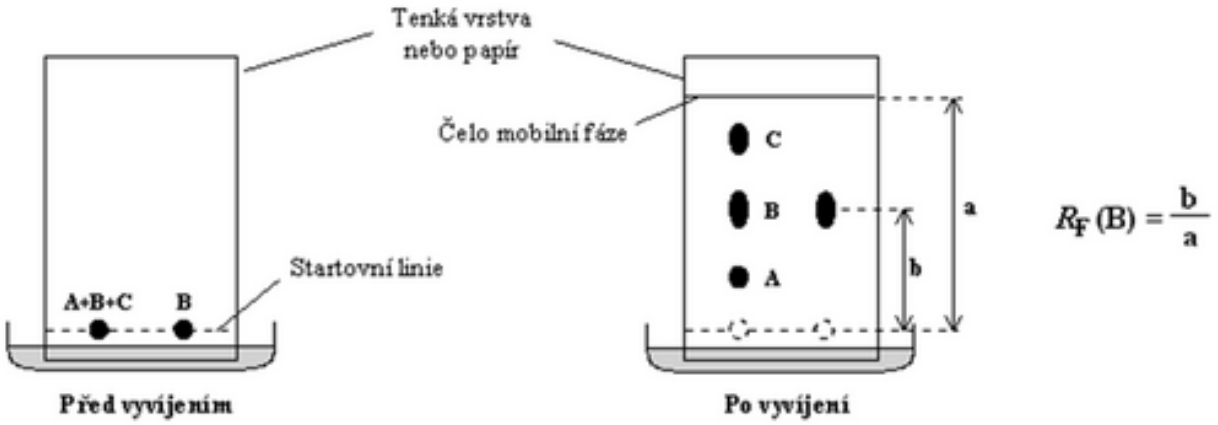
- Vzorek je rozkládán v uzavřené teflonové patroně kyselinou dusičnou a zahříván v peci s mikrovlnným ohřevem.
- Navážka 500 mg je umístěna do teflonového pouzdra, přidají se 4 ml kyseliny dusičné a patrona je poté zahřívána v mikrovlnné peci. Dle materiálu je zvolen teplotní program. Po vychladnutí je rozpuštěný mineralizát doplněn na přesný objem.

Úloha č. 6

Stanovení aminokyselin pomocí papírové chromatografie

Papírová chromatografie:

- Separační metoda založená na dělení směsi analytů v systému dvou fází – stacionární (papír pro chromatografii) a mobilní (nejčastěji směs rozpouštědel)
- Analyty jsou unášeny mobilní fázi a dělí se na základě míry interakce s fází stacionární
- Vyvíjecí roztok = mobilní fáze použitá při plošné promatografii
- Retenční faktor = poměr vzdálenosti čela od startu a vzdálenosti středu skvrny analytu při plošné chromatografii



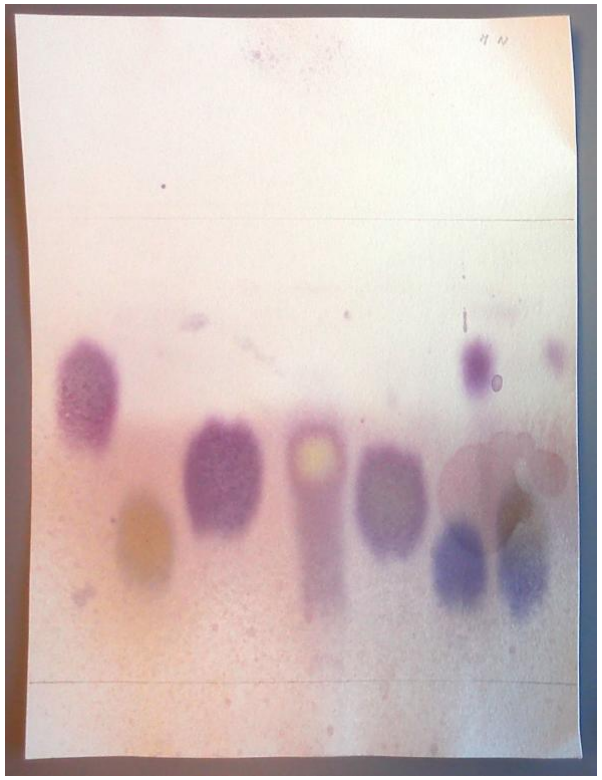
Úloha č. 6

Postup:

- Na chromatografický papír se vyznačí místo „start“ (2 cm od spodního okraje), kde se budou nanášet jednotlivé aminokyseliny a vzorek. Postupně se nanese 5 aminokyselin a jeden neznámý vzorek, který je tvořen směsí dvou aminokyselin. Aminokyseliny musí být od sebe dostatečně vzdáleny, aby nedošlo k jejich smísení během vyvíjení v chromatografické komoře. Do chromatografické komory se nalije mobilní fáze (směs acetonitrilu a 0,1 M octanu amonného 3:2), tak aby výška hladiny byla cca 0,5-1 cm ode dna komory. Opatrně se vloží chromatografický papír a komora se uzavře víkem. Po 45ti minutách nebo v okamžiku kdy mobilní fáze bude cca 2 cm od horního okraje chromatografického papíru, se vyvíjení ukončí a **ihned** se označí čelo mobilní fáze. Chromatografický papír se vysuší fénem a následně postříká ethanolovým roztokem ninhydrinu. Po opětovném vysušení se chromatogram vloží do sušárny vyhřáté na 110 °C po dobu 10 min. Po uplynutí této doby jsou na chromatogramu viditelné skvrny aminokyselin.

Úloha č. 6

Vyhodnocení chromatogramu:

- U všech vzniklých skvrn aminokyselin a neznámého vzorku se označí středy skvrn. Změří se vzdálenost mezi středem skvrny a startem (a) a vzdálenost mezi čelem mobilní fáze a startem (b). Vypočítá se retenční faktor R_f podle vzorce a identifikují se aminokyseliny v neznámém vzorku.

$$R_f = \frac{a}{b}$$