

# Analiza środowiskowa żywności i leków

## Ćwiczenie nr 4

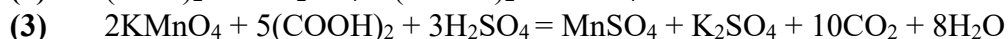
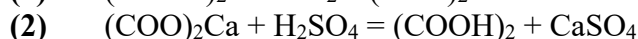
### Oznaczanie szczawianów w wybranych użytkach

**Celem ćwiczenia** jest oznaczenie rozpuszczalnego kwasu szczawowego w wybranych użytkach (kawa, herbata, kakao) oraz określenie stopnia wiązania wapnia przez kwas szczawowy.

#### 1. Zasada metody i oznaczenia:

Szczawiany rozpuszczalne wymywane są z produktu na gorąco wodą, a szczawiany ogółem za pomocą kwasu solnego.

Oznaczenie polega na wymyciu wodą rozpuszczalnych szczawianów z próbki na gorąco, z następnym wytrąceniem nierozpuszczalnego osadu szczawianu wapnia za pomocą roztworu chlorku wapnia **(1)** (aceton i niska temperatura przyspieszają uformowanie osadu), rozpuszczeniu osadu na gorąco w roztworze kwasu siarkowego **(2)** i zmiareczkowaniu na gorąco kwasu szczawowego roztworem nadmanganianu potasu **(3)**:



#### 2. Wykonanie oznaczenia:

Oznaczenia wykonać dla 3 równoległych próbek.

Na wadze analitycznej odważyć ok. 3 g (łyżeczka) próbki (kawa/herbata/kakao) do zlewki, zalać 100 cm<sup>3</sup> wrzącej wody, przykryć szkiełkiem zegarkowym i pozostawić do zaparzenia na 5 min. Z przyrządzonego naparu, po ewentualnym przesączeniu (w przypadku naparów dla kawy mielonej lub herbaty), pobrać 10,00 cm<sup>3</sup> roztworu do próbki wirówkowej o pojemności 50 cm<sup>3</sup>, dodać 5 cm<sup>3</sup> 5% roztworu CaCl<sub>2</sub> i 5 cm<sup>3</sup> acetonu. Probówkę wstawić do lodówki lub umieścić w łaźni z lodem na 30 min. Wytrącony osad szczawianu wapnia odwirować przez 15 minut przy 3000 obr./min. Następnie zlać roztwór z osadu, a osad przenieść ilościowo kolbki stożkowej na 100 cm<sup>3</sup> za pomocą 5 cm<sup>3</sup> 10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> i podgrzać (~70°C) w celu całkowitego rozpuszczenia osadu. Po rozpuszczeniu natychmiast miareczkować (na gorąco!) 0,002 mol dm<sup>3</sup> roztworem KMnO<sub>4</sub> do uzyskania barwy różowej, utrzymującej się około 1 minuty.

#### 3. Obliczenia:

Na podstawie uzyskanych wyników obliczyć:

1. Ilość (w mg) rozpuszczalnego kwasu szczawowego w 100 cm<sup>3</sup> produktu, przyjmując, że 1 cm<sup>3</sup> 0,02 mol dm<sup>3</sup> KMnO<sub>4</sub> odpowiada 0,9 mg (COOH)<sub>2</sub>
2. Ilość wapnia (w mg), która jest wiązana przez rozpuszczalny kwas szczawowy zawarty w przygotowanym naparze z 3 g suchego produktu, wiedząc, że 90 mg kwasu szczawowego wiąże 40 mg wapnia
3. Ilość mleka (w mg), którą należy dodać do naparu (100 cm<sup>3</sup>) przygotowanego na bazie 3 g suchego produktu, by wapń zawarty w mleku związał rozpuszczalny kwas szczawowy z naparu (przy założeniu, że w 100 g mleka jest 120 mg wapnia)

Wyniki podać jako średnie arytmetyczne wraz z wartościami odchyłeń standardowych. Określić precyzję oznaczeń.

#### **4. Sprawozdanie:**

Sprawozdanie powinno zawierać krótki wstęp, wszystkie obliczenia, krytyczną analizę otrzymanych wyników oraz wnioski.

Otrzymane wyniki przedyskutować także na tle danych literaturowych dotyczących zawartości kwasu szczawiowego w produktach spożywczych oraz zaproponować możliwość zmniejszenia antyodżywczego działania kwasu szczawiowego.

#### **Literatura:**

1. Toksykologia żywności. Przewodnik do ćwiczeń pod redakcją A. Brzozowskiej. Wydawnictwo SGGW, Warszawa 2004.