

## **GLÜKOOSISIIRUPIS, KUIVATATUD GLÜKOOSISIIRUPIS, GLÜKOOSMONOHÜDRAADIS JA VEEVABAS GLÜKOOSIS KUIVAINESISALDUSE MÄÄRAMISE MEETOD (VAAKUMKUIVATUSKAPI MEETOD)**

### **1. Kasutusala**

Meetod võimaldab määrata kuivainesisaldust glükoosisiirupis, kuivatatud glükoosisiirupis, glükoosmonohüdraadis ja veevabas glükoosis.

### **2. Määratlus**

Kuivainesisaldus on selle meetodi puhul gravimeetriliselt määratud jääkmass pärast kuivatamist, arvatud proovi massi kohta.

### **3. Põhimõte**

Analüüsitava kogus kaalutakse ja kuivatatakse vaakumkuivatuskapis rõhul alla 3,3 kPa ja temperatuuril  $70 \pm 1$  °C püsiva massini. Glükoosisiirupi või kuivatatud glükoosisiirupi puhul segatakse need enne kuivatamist vee ja kobediatomiidiga. Jääkmass kaalutakse ja esitatakse protsentuaalse sisaldusena proovi massist.

### **4. Reagentid**

Reagentina kasutatav kobediatomiit viiakse Büchneri lehtrisse ja pestakse korduvalt vesinikkloriidhappelahusega (1 ml kontsentreeritud hapet, tihedus 1,19 g/ml temperatuuril 20 °C, ühe liitri vee kohta). Pesemise võib lõpetada, kui pesuveelik jääb selgelt happeliseks. Seejärel pestakse kobediatomiiti veega, kuni pesuvee pH on suurem kui 4, ning kuivatatakse kuivatuskapis temperatuuril  $103 \pm 2$  °C ja säilitatakse hermeetilises anumast.

### **5. Seadmed ja vahendid**

**5.1.** analüütilised kaalud;

**5.2.** kaanega metallist kaalunõud, mille diameeter on vähemalt 100 mm ja sügavus vähemalt 30 mm;

**5.3.** klaaspulk, mille pikkus ei lase sellel üleni kaalunõusse kukkuda;

**5.4.** vaakumkuivatuskapp, mis on lekkekindel, reguleeritava temperatuuriga ning varustatud termomeetri ja vaakummanomeetriga. Kuivatuskapi üldkonstruktsioon peab võimaldama head soojusvahetust riulitel olevate nõudega;

**5.5.** vaakumpump, mis on võimeline säilitama vaakumkuivatuskapis rõhku 3,3 kPa või alla selle;

**5.6.** õhukuivatusahel, mis koosneb äsja aktiveeritud silikageeli või samaväärse kuivatusaine ja veesisalduse indikaatoriga täidetud klaaskuivatuskolonnist ning sellega järjestikku ühendatud kontsentreeritud väävelhappega täidetud pesupudelid, mis omakorda on ühendatud kuivatuskapiga;

**5.7.** eksikaator äsja aktiveeritud silikageeliga või võrdväärse kuivatava agendiga koos veesisalduse indikaatoriga.

### **6. Töö käik**

**6.1.** Klaaspulgaga varustatud kaalunõusse valatakse ligikaudu 30 g kobediatomiiti. Nõu asetatakse kuivatuskappi temperatuurile  $70 \pm 1$  °C ja kapi rõhk viiakse väärtuseni 3,3 kPa või alla selle. Kuivatatakse vähemalt viis tundi, imedes kuivatuskappi aeglaselt õhku läbi kuivatusahela. Aeg-ajalt kontrollitakse rõhku ja vajaduse korral seda korrigeeritakse.

**6.2.** Kuivatuskapis taastatakse atmosfäärirõhk, suurendades ettevaatlikult õhu sissevoolu. Nõu

koos klaaspulgaga asetatakse kiiresti eksikaatorisse, lastakse jahtuda ja kaalutakse.

**6.3.** 100 ml keeduklaasi kaalutakse ligikaudu 10 g proovi täpsusega 1 mg. Sellele lisatakse 10 ml sooja vett ning saadud lahus viiakse klaaspulka kasutades kaalunõusse kvantitatiivselt üle.

**6.4.** Nõu koos analüüsitava ainekoguse ja klaaspulgaga asetatakse kuivatuskapi temperatuurile  $70 \pm 1$  °C ja kapi rõhk viiakse väärtuseni 3,3 kPa või alla selle, kuivatatakse, lastes aeglasel õhuvoolul läbi kuivatuskapi liikuda. Kuivatamise kestus peaks olema 20 tundi ja enamus massikaost peaks toimuma esimese päeva lõpuks. Öö jooksul tuleb pump etteantud rõhul töös hoida ja säilitada pidev õhuvool läbi kuivatuskapi, säilitamiseks öö läbi ligikaudset rõhku 3,3 kPa või alla selle.

**6.5.** Seejärel taastatakse kuivatuskapis atmosfäärirõhk, suurendades ettevaatlikult kuiva õhu sissevoolu. Kaalunõu koos sisuga asetatakse kiiresti eksikaatorisse, lastakse jahtuda, kaalutakse täpsusega 1 mg ning jätkatakse alapunktis 6.4 kirjeldatud vähendatud rõhul selle kuivatamist veel neli tundi. Kuivatuskapis taastatakse atmosfäärirõhk ja nõu asetatakse kiiresti eksikaatorisse. Lastakse jahtuda ja kaalutakse. Konstantne mass loetakse rahuldavalt saavutatuks, kui kahel teineteisele järgneval sama nõuga kaalumisel ei ületa masside vahe 2 mg. Kui vahe on suurem, jätkatakse kuivatamist vähendatud rõhul nelja tunni kestel.

**6.6.** Kuivainesisalduse määramisel glükoosmonohüdraadis või veevabas glükoosis ei ole vett ega kobediatomiiti vaja kasutada.

## **7. Tulemuste esitamine**

**7.1.** Kuivainesisaldus arvutatakse järgmise valemi järgi:

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100,$$

kus  $m_0$  on analüüsitava proovikoguse mass grammides enne kuivatamist;

$m_1$  on kaalunõu, kobediatomiidi, klaaspulga ja analüüsitava proovikoguse kuivjäägi mass grammides pärast kuivatamist;

$m_2$  on kaalunõu, kobediatomiidi ja klaaspulga mass grammides.

**7.2.** Kahe üheaegse või järjestikuse sama proovi määramise tulemuste erinevus ei tohi ületada 0,12 g 100 g proovi kohta samades tingimustes sama analüüsitegija poolt.