

POOLVALGES SUHKRUS REDUTSEERIVATE SAHHARIIDIDE SISALDUSE MÄÄRAMISE MEETOD (BERLIINI INSTITUUDI MEETOD)

1. Kasutusala

Meetod võimaldab määrata poolvalges suhkrus redutseerivate sahhariidide sisaldust, väljendatud invertsuhkrusisaldusena.

2. Määratlus

Redutseerivate sahhariidide sisaldus, väljendatuna invertsuhkru sisaldusena, on selle meetodi puhul näitaja, mille väärtus määratakse sahhariidide redutseerimisvõime kaudu.

3. Põhimõte

Redutseerivaid sahhariide sisaldavat proovilahust kasutatakse vask(II)kompleksi lahuse redutseerimiseks. Tekkinud vask(I)oksiid oksüdeeritakse joodi standardlahusega, viimase liig määratakse tagasiitiitrimisel naatriumtiosulfaadi standardlahusega.

4. Reagendid

4.1. Mülleri lahus (valmistamine: 35 g vask(II)sulfaatpentahüdraati ($\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$) lahustatakse 400 ml keevas vees ja lastakse jahtuda. 173 g naatriumkaalium-tartraattetraahüdraati ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times 4\text{H}_2\text{O}$) ja 68 g veevaba naatriumkarbonaati lahustatakse 500 ml keevas vees ning lastakse jahtuda. Mõlemad lahused viiakse liitrisesse mõõtekolbi ja lahuse maht viiakse veega ühe liitrini. Saadud lahusele lisatakse 2 g aktiivsütt, loksutatakse, lastakse mitu tundi seista ja filtreeritakse läbi tiheda filterpaberi või membraanfiltrit. Kui säilitusperioodil ilmnevad väikesed vask(I)oksiidi kogused, tuleb lahus uuesti filtreerida);

4.2. äädikhappelahus, 5 M;

4.3. joodilahus, 0,01665 M (4,2258 g/l);

4.4. naatriumtiosulfaadilahus, 0,0333 M;

4.5. tärkliisalahus (valmistamine: ühele liitrile keevale veele lisatakse 5 g lahustuvat tärklist 30 ml vees, keedetakse 5 minutit, lastakse jahtuda, vajaduse korral lisatakse säilitusaineiks 10 mg elavhõbe(II)jodiidi).

5. Seadmed ja vahendid

5.1. kooniline kolb, 300 ml;

5.2. täpsed büretid ja pipetid;

5.3. veevann, mis võimaldab hoida temperatuuri 100 °C juures.

6. Töö käik

6.1. Proovist kaalutakse kogus (10 g või vähem), mis ei sisalda invertsuhkrut rohkem kui 30 mg, viiakse 300 ml koonilisse kolbi ja lahustatakse ligikaudu 100 ml vees. Kolbi lisatakse 10 ml Mülleri lahust, kolvi sisu segatakse ringliigutustega läbi ja pannakse täpselt kümneks minutiks keevale veevannile. Vedelikutase kolvis peaks olema allpool veepinda veevannis. Seejärel jahutatakse kolb kiiresti külma voolava vee all. Selle operatsiooni ajal ei tohi kolbi loksutada, vältimaks sadestatud vask(I)oksiidi oksüdeerumist õhuhapniku mõjul. Lahust segamata lisatakse pipetiga 5 ml 5 M äädikhapet ja lisatakse büretist joodilahust liias (20–40 ml). Vask(I)oksiidi sade lahustatakse loksutades. Joodiliig tiitritakse naatriumtiosulfaadilahusega tagasi, kasutades indikaatorina tärkliisalahust, mis lisatakse tiitrimise lõpuosas.

6.2. Viiakse läbi pimekatse veega. See tuleb läbi viia iga uue Mülleri lahuse kasutuselevõtiga. Tiitrimistulemus ei tohi ületada 0,1 ml.

6.3. Viiakse läbi kontrollkatse suhkrulahusega toatemperatuuril.

7. Tulemuste esitamine

7.1. Vask(D)oksiidi oksüdeerimiseks kulunud joodilahuse ruumala saadakse tagasitiitrimisel kulunud naatriumtiosulfaadilahuse ruumala lahutamisel liias lisatud joodilahuse ruumalast. Saadud ruumalast tehakse parandus, lahutades sellest pimekatsel kulunud ruumala, külmkatsel suhkralahusega kulunud ruumala ja koguse 2,0 ml iga 10 g sahharoosisisalduse kohta kasutatud alikvoodis või sellega proportsionaalse koguse juhul, kui proovi sahharoosisisaldus on alla 10 g (sahharoosiparandus). Pärast paranduste tegemist vastab reageerinud 1 ml joodilahust 1 mg invertsuhkrule. Invertsuhkru protsentuaalne sisaldus proovis arvutatakse järgmise valemi järgi:

$$\frac{V_1}{10 \times m_0},$$

kus V_1 on joodilahuse ruumala (milliliitrites) pärast parandust;
 m_0 on proovi mass grammides.

7.2. Kahe üheaegse või järjestikuse sama proovi määramise tulemuste erinevus ei tohi ületada 0,02 g 100 g proovi kohta samades tingimustes sama analüüsitegija määratuna.