

SUHKRUS JA EKSTRA VALGES SUHKRUS REDUTSEERIVATE SAHHARIIDIDE SISALDUSE MÄÄRAMISE MEETOD (KNIGHT-ALLENII MEETOD)

1. Kasutusala

Meetod võimaldab määrata redutseerivate sahhariidide sisaldust, väljendatud invertisuhkrusisaldusena suhkrus ja ekstra valges suhkrus.

2. Määratlus

Redutseerivate sahhariidide sisaldus, väljendatud invertisuhkrusisaldusena, on selle meetodi puhul näitaja, mille väärtus määratakse sahhariidide redutseerimisvõime kaudu.

3. Põhimõte

Proovilahusele lisatakse liias vask(II)reagenti, redutseeritakse ning redutseerumata osa tiitritakse etüleendiamiintetraädikhappe (EDTA) lahuse abil tagasi.

4. Reagentid

4.1. etüleendiamiintetraädikhappe (EDTA) dinaatriumisoolalahus, 0,0025 M (valmistamine: 0,930 g EDTA dinaatriumisoola lahustatakse ühes liitris vees);

4.2. mureksiidindikaatorlahus (valmistamine: 50 ml veele lisatakse 0,25 g mureksiidi ning 20 ml metüleensinise vesilahust kontsentratsiooniga 0,2 g/100 ml);

4.3. aluseline vask(II)reagent (valmistamine: 25 g veevaba naatriumkarbonaati ja 25 g naatriumkaaliumtartraattetraahüdraati lahustatakse ligikaudu 600 ml vees, mis sisaldab 40 ml 1,0 M naatriumhüdroksiidi, saadud lahusele lisatakse ligikaudu 100 ml vees lahustatud 6,0 g vask(II)sulfaatpentahüdraati ($\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$) ning lahuse maht viiakse veega ühe liitrini. Lahuse säilivusaeg on üks nädal);

4.4. sahharoos, mille invertisuhkrusisaldus ei ületa 0,001 g / 100 g;

4.5. invertisuhkru standardlahus (valmistamine: 23,750 g sahharoosi lahustatakse 250 ml mõõtekolvis ligikaudu 120 ml vees, lisatakse 9 ml vesinikkloriidhapet ($\rho = 1,16 \text{ g/cm}^3$) ja jäetakse kaheksaks päevaks toatemperatuurile seisma. Lahuse maht viiakse veega 250 ml-ni ja kontrollitakse hüdrolüüsi täielikkust 200 mm küvetis polarimeetri või sahharimeetri lugemi järgi. Lugem peaks olema $11,80 \pm 0,05 \text{ }^\circ\text{S}^1$. Saadud lahusest viiakse 200 ml 2000 ml mõõtekolbi, lahjendatakse veega ja lisatakse kolbi loksutades (lokaalse leeliselisuse vältimiseks) 71,4 ml 1 M NaOH lahust, milles on lahustatud 4 g bensoehapet. Seejärel viiakse lahuse maht veega kahe liitrini, saades invertisuhkrulahuse kontsentratsiooniga 1 g / 100 ml. Lahuse pH peaks olema ligikaudu 3. Saadud stabiilsest põhilahusest tuleks lahjendusi teha alles vahetult enne kasutamist).

5. Seadmed ja vahendid

5.1. katseklaasid, 150 × 20 mm;

5.2. valge portselannõu;

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

5.4. analüütilised kaalud.

6. Töö käik

6.1. 5 g proovi lahustatakse katseklaasis 5 ml külmas vees. Lahusele lisatakse 2,0 ml vask(II)reagenti ja segatakse. Katseklaas asetatakse viieks minutiks keevale veevannile ja jahutatakse seejärel külmas vees.

6.2. Lahus viiakse kvantitatiivselt valgesse portselannõusse, kasutades seejuures nii vähe vett kui võimalik, lisatakse 3 tilka indikaatorit ja tiitritakse EDTA lahusega. Vahetult enne tiitrimise lõppu muutub lahuse värv rohelisest halliks ning tiitrimise lõpuks purpursiks. Purpurne värv kaob tasapisi, kuna vask(I)oksiid oksüdeerub redutseeritud vase

konsentratsioonist sõltuva kiirusega vask(II)oksiidiks, mistõttu tuleb tiitrimise lõpuosas kiirustada.

6.3. Kalibreerimisgraafiku koostamiseks vajalike andmete saamiseks valmistatakse lahused, lisades 5 g sahharoosile sobivalt lahjendatud invertsuhkru standardlahust ja külma vett nii, et summaarne lisatav vedelikukogus on 5 ml, ning toimitakse analoogselt alapunktides 6.1 ja 6.2 kirjeldatule. Koostatakse graafik, mille abstsiss- ja ordinaatteljele kantakse väärtused invertsuhkru protsendilise sisalduse kohta sahharoosis ja neile vastav tiitrimiseks kulunud EDTA lahuse ruumala milliliitrites. Graafiliseks tulemuseks on sirge invertsuhkru kontsentratsioonivahemikus 0,001–0,019 g invertsuhkru 100 g proovi kohta.

7. Tulemuste esitamine

7.1. Kalibratsioonigraafikult loetakse proovi analüüsil tiitrimiseks kulunud EDTA lahuse ruumalale vastav invertsuhkru sisaldus.

7.2. Juhul kui uuritava proovi eeldatav invertsuhkru sisaldus ületab 0,017 g 100 g proovi kohta, tuleb alapunktis 6.1 nimetatud proovi kogust vähendada ning viia proovi kogus sahharoosiga massini 5 g.

7.3. Kahe üheaegse või järjestikuse sama proovi määramise tulemuste erinevus ei tohi ületada 0,005 g 100 g proovi kohta samades tingimustes sama analüüsitegija poolt määratuna.

¹ Tulemuse viimiseks polarimeetriteliste nurgakraadidele jagatakse °S väärtusega 2,889 (kasutatakse täpseid 200 mm küvette ning valgusallikat, milleks on naatriumlamp; seade peab olema paigaldatud ruumi, mille temperatuuri on võimalik hoida 20 °C piires).