

## SUHKRULAHUSES, VALGES SUHKRULAHUSES, INVERTSUHKRULAHUSES, VALGES INVERTSUHKRULAHUSES, INVERTSUHKRUSIIRUPIS JA VALGES INVERTSUHKRUSIIRUPIS REDUTSEERIVATE SAHHARIIDIDE SISALDUSE MÄÄRAMISE MEETOD (LUFF-SCHOORLI MEETOD)

### 1. Kasutusala

Meetod võimaldab määrata:

- 1.1. redutseerivate sahhariidide sisaldust, väljendatud invertsuhrkruisisaldusena suhkrulahuses, valges suhkrulahuses, invertsuhrkruulahuses, valges invertsuhrkruulahuses, invertsuhrkruusiirupis ja valges invertsuhrkruusiirupis;
- 1.2. redutseerivate sahhariidide sisaldust, väljendatud *D*-glükoosina glükoosisiirupis ja kuivatatud glükoosisiirupis (kuivaine kohta);
- 1.3. redutseerivate sahhariidide sisaldust, väljendatud *D*-glükoosina, glükoosmonohüdraadis ja veevabas glükoosis.

### 2. Määratlus

Redutseerivate sahhariidide sisaldus, väljendatud invertsuhrkru või *D*-glükoosina, on selle meetodi puhul näitaja, mille väärtus määratakse sahhariidide redutseerimisvõime kaudu.

### 3. Põhimõte

Redutseerivaid sahhariide sisaldava proovi lahust kasutatakse vask(II)kompleksi lahuse redutseerimiseks. Tekkinud vask(I)oksiid oksüdeeritakse joodi standardlahusega, mille liig määratakse tagasitiitrimisel naatriumtiosulfaadi standardlahusega.

### 4. Reagensid

- 4.1. Carrez' I lahus (valmistamine: 21,95 g tsinkatsetaadihüdraati ( $Zn(CH_3COO)_2 \times 2H_2O$ ) 100 ml lahuses või 24 g tsinkatsetaatrihüdraati ( $Zn(CH_3COO)_2 \times 3H_2O$ ) ja 3 ml jäääädikhapet lahustatakse 100 ml vees);
- 4.2. Carrez' II lahus (valmistamine: 10,6 g kristalset kaaliumheksatsüanoferraat(II)trihüdraati ( $K_4[Fe(CN)_6] \times 3H_2O$ ) lahustatakse 100 ml vees);
- 4.3. Luff-Schoorli reagent (valmistamine: naatriumkarbonaadilahusele (143,8 g veevaba naatriumkarbonaati lahustatakse ligikaudu 300 ml vees) 1000 ml mõõtekolvis lisatakse ettevaatlikult loksutades sidrunhappelahust (50 g sidrunhappe monohüdraati ( $C_6H_8O_7 \times H_2O$ ) 50 ml vees). Lahust loksutatakse, kuni gaasi eraldumine lõpeb, lisatakse vask(II)sulfaadilahus (25 g rauavaba vask(II)sulfaatpentahüdraati ( $CuSO_4 \times 5H_2O$ ) 100 ml vees) ning lahuse maht viiakse veega 1000 ml-ni. Lahus jäetakse ööseks seisma ja seejärel vajaduse korral filtreeritakse. Saadud reaktiiv molaarset kontsentratsiooni (Cu 0,1 M;  $Na_2CO_3$  1 M) kontrollitakse vastavalt punktis 6.1 kirjeldatule);
- 4.4. naatriumtiosulfaadilahus, 0,1 M;
- 4.5. tärkliselahus (valmistamine: ühele liitrile keevale veele lisatakse 5 g lahustuvat tärklist 30 ml vees, keedetakse kolm minutit, lastakse jahtuda ning lisatakse vajaduse korral säilitusaineks 10 mg elavhõbe(II)jodiidi);
- 4.6. väävelhape, 3 M;
- 4.7. kaaliumjodiidilahus, 30 g/100 ml;
- 4.8. pimsskivitükid, mis on vesinikkloriidhappes keedetud, veega happest puhtaks pestud ja seejärel kuivatatud;
- 4.9. 2-metüülbutanool (isopentanool);
- 4.10. naatriumhüdroksiid, 0,1 M;
- 4.11. vesinikkloriidhape, 0,1 M;
- 4.12. fenoolftaleiinilahus, 1 g/100 ml etanoolis.

## **5. Seadmed ja vahendid**

**5.1.** kooniline kolb, ruumala 300 ml;

**5.2.** täpsed büretid ja pipetid;

**5.3.** stopper.

## **6. Töö käik**

**6.1.** Luff-Schoorli reagenti jodomeetriliseks standardiseerimiseks lisatakse 25 ml Luff-Schoorli reagentile 3 g kaaliumjodiidi ja 25 ml 3 M väävelhapet. Segu tiitritakse 25 ml 0,1 M naatriumtiosulfaadilahusega, kasutades indikaatorina tärkliselahust, mis lisatakse tiitrimise lõpuosas. Kui kulunud 0,1 M naatriumtiosulfaadilahuse ruumala ei ole 25 ml, tuleb reagent uuesti valmistada.

**6.2.** Luff-Schoorli reagenti standardiseerimiseks alusega tiitrimisel pipeteeritakse 10 ml reagenti 100 ml mõõtekolbi ja kolb täidetakse märgini veega. 10 ml lahjendatud reagenti pipeteeritakse koonilises kolvis olevasse 25 ml 0,1 M vesinikkloriidhappesse ja kuumutatakse kolbi keeval veevannil üks tund. Kolb jahutatakse, täidetakse veega esialgse mahuni ja tiitritakse 0,1 M naatriumhüdrosiidilahusega, kasutades indikaatorina fenoolftaleiini. Kulunud 0,1 M naatriumhüdrosiidilahuse ruumala peab jääma vahemikku 5,5 kuni 6,5 ml.

**6.3.** Luff-Schoorli reagenti standardiseerimiseks happega tiitrimisel pipeteeritakse 10 ml reagenti 100 ml mõõtekolbi ja kolb täidetakse märgini veega. 10 ml lahjendatud reagenti tiitritakse 0,1 M vesinikkloriidhappelahusega, kasutades indikaatorina fenoolftaleiini. Tiitrimise lõpp-punktiks loetakse lilla värvi kadumist. Kulunud 0,1 M vesinikkloriidhappelahuse ruumala peab jääma vahemikku 6,0 kuni 7,5 ml.

**6.4.** Luff-Schoorli reagenti pH peab temperatuuri 20 °C juures olema vahemikus 9,3 kuni 9,4.

**6.5.** Proovilahuse valmistamiseks kaalutakse 5 g proovi täpsusega 1 mg ja viiakse 200 ml veega kvantitatiivselt 250 ml mõõtekolbi. Vajaduse korral selitatakse lahust, lisades 5 ml Carrez' I lahust ja seejärel 5 ml Carrez' II lahust. Segu segatakse kummagi lahuse lisamise järel. Kolb täidetakse 250 ml kalibratsioonimärgini veega, segatakse põhjalikult läbi ning vajaduse korral filtreeritakse. Saadud lahust lahjendatakse nii, et 25 ml lahust sisaldaks 15–60 mg redutseerivaid sahhariide, väljendatud glükoosina.

**6.6.** Tiitrimiseks viiakse koonilisse kolbi mahuga 300 ml 25 ml Luff-Schoorli reagenti, 25 ml alapunktis 6.5 toodud kirjelduse kohaselt valmistatud proovilahust ja paar pimsskivitükki. Kolvile kinnitatakse tagasijooksujahuti ja kolb asetatakse kohe asbestvõre peale Bunseni põleti kohale. Võrel peab asbestosa sisse olema lõigatud kolvi põhja suurune auk. Kolb kuumutatakse ligikaudu kahe minuti kestel lahuse keemistäpini, lastakse kümme minutit rahulikult keeda ning jahutatakse kohe külmas vees. Kolbi lisatakse 10 ml kaaliumjodiidilahust ja seejärel kohe ning gaasi eraldumise tõttu ettevaatlikult 25 ml 3 M väävelhapet (enne väävelhappega hapustamist võib vahutamise vähendamiseks lisada väikese koguse 2-metüülbutanooli (isopentanooli)). Lahust tiitritakse 0,1 M naatriumtiosulfaadilahusega, kuni värvus on peaaegu kadunud, seejärel lisatakse paar milliliitrit tärkliselahust ja jätkatakse tiitrimist sinise värvuse kadumiseni. Pimekatse läbiviimiseks kasutatakse 25 ml alapunktis 6.5 toodud kirjelduse kohaselt valmistatud proovilahuse asemel 25 ml vett.

## 7. Tulemuste esitamine

7.1. Alltoodud tabelist leitakse (vajaduse korral interpoleerides) proovilahuse ja pimekatse tiitrimiseks kulunud 0,1 M naatriumtiosulfaadilahuse ruumalade vahele milliliitrites vastav glükoosi või invertsuhkru mass milligrammides. Tulemus esitatakse invertsuhkrusisaldusena või *D*-glükoosi sisaldusena massiprotsentides kuivmassist.

0,1 M Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Glükoos, fruktoos, invertsuhkur C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub>		
	ml	mg	Vahe
1	2,4		
2	4,8		2,4
3	7,2		2,4
4	9,7		2,5
5	12,2		2,5
6	14,7		2,5
7	17,2		2,5
8	19,8		2,6
9	22,4		2,6
10	25,0		2,6
11	27,6		2,6
12	30,3		2,7
13	33,0		2,7
14	35,7		2,7
15	38,5		2,8
16	41,3		2,8
17	44,2		2,9
18	47,1		2,9
19	50,0		2,9
20	53,0		3,0
21	56,0		3,0
22	59,1		3,1
23	62,2		3,1

7.2. Kahe üheaegse või järjestikuse sama proovi määramise tulemuste erinevus ei tohi ületada 0,2 ml samades tingimustes sama analüüsitegija määratuna.