

GLÜKOOSISIIRUPIS, KUIVATATUD GLÜKOOSISIIRUPIS, GLÜKOOSMONOHÜDRAADIS JA VEEVABAS GLÜKOOSIS SULFAATTUHASISALDUSE MÄÄRAMISE MEETOD

1. Kasutusala

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

2. Määratlus

Sulfaattuhasisaldus on selle meetodi puhul gravimeetriliselt määratud jääkmass pärast tuhastamist, arvatud proovi massi kohta.

3. Põhimõte

Analüüsitava koguse massijääk määratakse pärast tuhastamist oksüdeerivas keskkonnas temperatuuril 525 °C väävelhappe juuresolekul ja esitatakse protsentuaalse sisaldusena proovi massist.

4. Reagendid

Reagendina kasutatakse väävelhappelahust, mis saadakse 100 ml kontsentreeritud väävelhappe (tihedus 20 °C juures 1,84 g/ml, 96%) aeglasel ja ettevaatlikul lisamisel 300 ml veele, lahust pidevalt segades ja jahutades.

5. Seadmed

5.1. elektriline muhvelahi, mis on varustatud püromeetriga ja võimeline töötama temperatuuril 525 ± 25 °C;

5.2. analüütilised kaalud;

5.3. sobiva mahuga plaatinast või kvartsist tuhastustiigid;

5.4. eksikaator värskelt aktiveeritud silikageeli või samaväärse kuivatusainega ja veesisalduse indikaatoriga.

6. Töö käik

Tiigel kuumutatakse proovi tuhastumistemperatuurini, jahutatakse eksikaatoris ja kaalutakse. Tiiglisse kaalutakse proovi täpsusega 0,1 mg glükoosisiirupit või kuivatatud glükoosisiirupit 5 g, glükoosmonohüdraati või veevaba glükoosi ligikaudu 10 g. Seejärel lisatakse 5 ml väävelhappelahust (vahutamise vältimiseks väikeste kogustena) ja kuumutatakse tiiglit ettevaatlikult leegil või kuumplaadil proovi täieliku söestumiseni. Söestamisprotsess, mille käigus proovist eraldub gaase, viiakse läbi tõmbekapis. Söestamise ajal tuleb vältida proovi või tuha kadu tiiglist. Seejärel viiakse tiigel temperatuurini 525 ± 25 °C kuumutatud muhvelahju ning kuumutatakse, kuni proovist on järel valge tuhk. Tavaliselt kulub selleks kaks tundi. Juhul kui proovi on raske täielikult tuhastada (s.t esinevad mustad osakesed), niisutatakse proovi jääki enne muhvelahju tagasi panemist mõne piisa veega. Pärast tuhastamist jahutatakse tiiglit koos proovi jäägiga eksikaatoris ligikaudu 30 minutit ja seejärel kaalutakse.

7. Tulemuste esitamine

7.1. Sulfaattuhasisaldus, väljendatud massiprotsendina analüüsitava proovi massist, leitakse järgmise valemi järgi:

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

kus m_1 on tuha mass grammides;

m_0 on analüüsitud koguse mass grammides.

7.2. Kahe üheaegse või järjestikuse sama proovi määramise tulemuste erinevus ei tohi ületada 2% nende aritmeetilisest keskmisest samades tingimustes sama analüüsitegija määratuna.