

Metastabilná oblasť presýtených vodných roztokov D-fruktózy

A. SMELÍK, J. VAŠÁTKO, J. ŠTUDNICKÝ

Katedra chémie a technológie sacharidov a potravín Slovenskej vysokej školy technickej, Bratislava

Presýtené vodné roztoky D-fruktózy vytvárajú pomerne úzku metastabilnú oblasť kryštalizácie.

Pri kryštalizácii bezvodnej β -D-fruktózy J. McGlumphy a spolupracovníci [1] odporúčajú zahusťovať sirup až do samovoľného zrnienia. B. Hoche [2] za najvýhodnejšiu teplotu kryštalizácie β -D-fruktózy označuje 40 °C a R. F. Jackson, C. Gillis a M. Proffitt [3] pre roztoky D-fruktózy o sušine 92 % určujú východiskovú teplotu 55 °C. Okrem rozpustnosti β -D-fruktózy [5] treba teda poznať aj pravdepodobnú hranicu metastabilnej oblasti presýtených vodných roztokov D-fruktózy.

Experimentálna časť

Pravdepodobnú hranicu metastabilnej oblasti D-fruktózy v presýtenom vodnom roztoku sme určili v pokoji izotermickým odparovaním vody v zábrusových sklenených odvažovačkách vo vzdušnom termostate.

Nenasýtené roztoky D-fruktózy sa pripravili z čistej kryštalickej bezvodnej β -D-fruktózy, ktorá sa rozpustila v redestilovanej vode. Z číreho nenasýteného roztoku sme od-

Tabuľka 1

Vznik kryštálov β -D-fruktózy z presýteného vodného roztoku v pokoji

Teplota °C	Východisková koncentrácia %	Zloženie roztoku v prítomnosti vzniknutých kryštálikov		Priemerná chyba aritmetického stredy meraní P %
		nameraná koncentrácia D-fruktózy %	aritmetický stred meraní A %	
22,5	69,2	82,4	81,50	±0,32
		81,1		
		81,0		
33,0	75,0	85,0	84,45	±0,12
		83,7		
		84,5		
		84,6		
50,0	83,5	87,1	87,40	±0,19
		87,2		
		87,9		
60,0	79,1	89,3	90,25	±0,30
		90,0		
		90,7		
		91,0		
		91,0		

Stredná hodnota priemernej chyby aritmetického stredy meraní $P = \pm 0,23$ %.

merali minimálne po 15 ml do troch zábrusových odvažovačiek na izotermické odparovanie vo vzdušnom termostate. Vo zvyšku východiskového roztoku sme pri 20 °C stanovili index lomu a podľa tabuľky R. F. Jacksona a J. A. Mathewsa [4] sme vypočítali príslušnú refraktometrickú sušinu.

Pri 22,5 a 33,0 °C sme izotermické zahusťovanie urýchlili umiernením vzoriek na vrstve vysušeného silikagélu v uzavretej nádobe. Pri prvom spozorovaní kryštálikov v roztoku sme opäť stanovili koncentráciu D-fruktózy Abbeho refraktometrom Meopta. Teplota roztoku D-fruktózy vo vzdušnom termostate počas zahusťovania a kontroly kolísala do $\pm 0,25$ °C.

Vyhodnotenie výsledkov

Samovoľný vznik kryštálov β -D-fruktózy sme v presýtených vodných roztokoch zisťovali pri 22,5; 33,0; 50,0 a 60,0 °C. V priebehu pokusov nedošlo ani raz k hromadnej samovoľnej tvorbe kryštálových zárodokov. Dosiagnuté výsledky sú zhrnuté v tab. 1. Z aritmetických stredov súbežných meraní sme ďalej vypočítali pravdepodobnú hranicu metastabilnej oblasti presýtených roztokov D-fruktózy metódou najmenších štvorcov:

$$S = 76,57 + 0,2284 t - 0,000\ 054 t^2,$$

kde S je koncentrácia D-fruktózy v percentách pri t °C.

Aritmetické stredy stanovených hodnôt podľa tab. 2 a obr. 1 vyjadruje empirická funkcia s presnosťou $\Delta_A = \pm 0,30$ %. Aritmetický stred diferencií Δ_A je približne rovnaký ako stredná hodnota priemernej chyby aritmetického stredy meraní:

Tabuľka 2

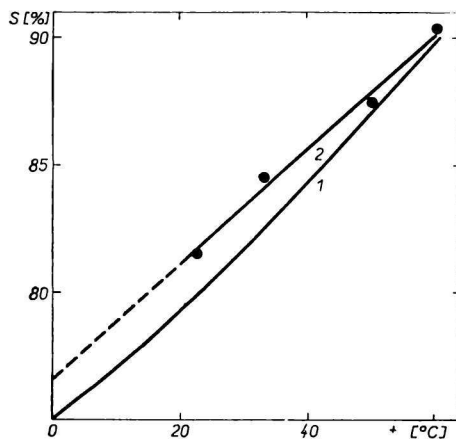
Vypočítaná hranica metastabilnej oblasti presýtených vodných roztokov D-fruktózy

Teplota °C	Pravdepodobná hranica metastabilnej oblasti D-fruktózy		Diferencia Δ	Koefficient presýtenia K_p	Vypočítaná rozpustnosť bezvodnej β -D-fruktózy % [5]
	nameraná %	vypočítaná %			
0,0		76,57		1,024	74,73
5,0		77,71		1,024	75,83
10,0		78,85		1,024	76,95
15,0		79,98		1,023	78,11
20,0		81,11		1,022	79,29
22,5	81,50	81,68	+0,18	1,022	79,89
25,0		82,25		1,021	80,50
30,0		83,36		1,019	81,74
33,0	84,45	84,05	-0,40	1,018	82,49
35,0		84,50		1,018	83,00
40,0		85,62		1,015	84,30
45,0		86,74		1,013	85,62
50,0	87,40	87,86	+0,46	1,010	86,97
55,0		88,97		1,007	88,35
60,0	90,25	90,08	-0,17	1,003	89,75

Aritmetický stred hodnôt diferencií $\Delta_A = \pm 0,30$ %.

$$P = \frac{\pm \sum |\Delta|}{n \sqrt{n}} = \pm 0,23 \%$$

Vypočítaná hranica metastabilnej oblasti presýtených roztokov D-fruktózy je takto pravdepodobne v medziach $\pm 0,30 \%$ a tvorí prechodné pásmo kryštalizácie medzi metastabilne a labilne presýtenými roztokmi.



Obr. 1. Metastabilná oblasť presýtených vodných roztokov D-fruktózy.

Na úsečke: teplota t v °C.

Na poradnici: koncentrácia D-fruktózy S v %.

1. rozpustnosť bezvodnej β -D-fruktózy [5];
2. pravdepodobná hranica metastabilnej oblasti presýtených vodných roztokov D-fruktózy.

Príslušné hodnoty koeficienta presýtenia K_p klesajú so stúpajúcou teplotou. Podľa hodnôt koeficienta presýtenia na narastanie kryštálikov β -D-fruktózy je k dispozícii dosť široká metastabilná oblasť asi do 35 °C, t. j. do $K_p = 1,017$. Podľa obr. 1 z minimálneho koeficienta presýtenia pri 60,0 °C ($K_p = 1,003$) vyplýva, že R. F. Jacksonom [3] určená východisková teplota, t. j. 55 °C je z hľadiska kryštalizácie D-fruktózy v metastabilnej oblasti krajnou podmienkou.

Pravdepodobná hranica metastabilnej oblasti presýtených vodných roztokov D-fruktózy stanovená v pokoji je pomerne blízka rozpustnosti β -D-fruktózy [5].

МЕТАСТАБИЛЬНАЯ ОБЛАСТЬ ПЕРЕСЫЩЕННЫХ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ D-ФРУКТОЗЫ

А. Смелик, Й. Вашатко, Ю. Штудницкий

Кафедра химии и технологии сахаридов и пищевых продуктов
Словацкого политехнического института, Братислава

Предполагаемая граница метастабильной области пересыщенных растворов D-фруктозы на основе определений выражается эмпирической квадратной функцией, которая применима в температурном интервале от 20,0 до 60,0°. На основе найденной вероятной границы метастабильной области пересыщенных растворов D-фруктозы определяются наилучшие условия роста кристаллов β -D-фруктозы, которые находятся в температурном интервале от 0 до, приблизительно, 35°.

Перевела Т. Диллингерова

THE METASTABLE RANGE OF OVERSATURATED
AQUEOUS SOLUTIONS OF D-FRUCTOSE

A. Smelík, J. Vašátko, J. Študnický

Department of Chemistry and Technology of Saccharides and Foodstuffs, Slovak Technical
University, Bratislava

The probable limit of the metastable range of the oversaturated solutions of D-fructose is expressed on the basis of determination by an empirical quadratic function valid from 20.0 to 60.0 °C. In accord with the probable limit of the metastable range of oversaturated solutions of D-fructose the favourable conditions for growing crystals of β -D-fructose lie in the 0 to approximately 35 °C range.

Translated by Z. Votický

LITERATÚRA

1. McGlumphy J., Eichinger J. a spolupracovníci, *Ind. Eng. Chem.* **23**, 1202 (1931).
2. Hoche B., *Z. Ver. deut. Zuckerind.* **76**, 821 (1926).
3. Jackson R. F., Gillis C., Proffitt M., *Plant. Sugar Manufac.* **76**, 230 (1927).
4. Jackson R. F., Mathews J. A., *Bur. Stand. J. Research* **8**, 403 (1932).
5. Smelík A., Vašátko J., Študnický J., *Chem. zvesti* **22**, 161 (1968).

Do redakcie došlo 15. 1967

Adresa autorov:

Ing. Andrej Smelík, akademik prof. Dr. techn. DrSc. Jozef Vašátko, Ing. Dr. techn. Július Študnický, CSc., Katedra chémie a technológie sacharidov a potravín SVŠT, Bratislava, Jánska 1.