

Metóda GS4/3-9 (1994)

Stanovenie celkových redukujúcich cukrov po hydrolýze v melase a rafinádnych sirupoch metódou podľa Luffa Schoorla

oficiálna metóda

1 Rozsah (1)

Táto metóda je aplikovateľná na všetky vzorky melasy (Všeobecná trieda 4). Môže sa tiež aplikovať na rafinádne sirupy (Všeobecná trieda 3).

2 Oblasť použitia

Táto metóda, ktorá môže tvoriť základ zmlúv o obchodovaní s melasou, meria celkové redukujúce cukry, ako glukózu, po hydrolýze vo vzorkách melasy. Nemôže sa použiť na stanovenie skutočnej sacharózy odpočítaním počiatočných redukujúcich cukrov a následným vynásobením koeficientom 0,95 (pozri tiež metódu GS4/3-7). Keď sa použije tento postup alebo priame vynásobenie celkových redukujúcich cukrov po hydrolýze koeficientom 0,95, aby sa získal „cukor“ (sacharóza), takto získaný výsledok je len na uspokojenie obchodných požiadaviek. Nejedná sa o presné meranie cukru (sacharózy).

Táto metóda sa tiež používa na stanovenie „sacharózy“ plus „invertu“ v rafinádnych sirupoch stanovením celkových redukujúcich cukrov po hydrolýze. Výsledok sa zvyčajne prevedie na „% sacharózy“ vynásobením údajov o celkových redukujúcich cukroch koeficientom 0,95.

3 Definície pojmov

3.1 Redukujúce cukry. Redukujúce cukry v melase po hydrolýze sú primárne, ale nie výlučne, glukóza a fruktóza.

3.2 Invert – je ekvimolárna zmes glukózy a fruktózy.

Tab. 1. Tabuľka hodnôt pre 25 ml Luff Schoorlovho činidla

Tiosíran sodný 0,1 mol/l (ml)	Glukóza (mg)	Tiosíran sodný 0,1 mol/l (ml)	Glukóza (mg)	Tiosíran sodný 0,1 mol/l (ml)	Glukóza (mg)
1	2,4	9	22,4	17	44,2
2	4,8	10	25,0	18	47,1
3	7,2	11	27,6	19	50,0
4	9,7	12	30,3	20	53,0
5	12,2	13	33,0	21	56,0
6	14,7	14	35,8	22	59,1
7	17,2	15	38,5	23	62,2
8	19,8	16	41,3		

4 Princíp metódy

Redukujúce cukry vo vzorke sa zohrievajú na bode varu za štandardných podmienok s meďnatým roztokom, ktorý sa čiastočne redukuje na meďný. Prebytok dvojmocnej medi sa stanovuje jodometricky.

Táto ICUMSA metóda sa odlišuje od pôvodnej metódy použitím štandardizácie Luff Schoorlovho činidla (2, 3).

POZNÁMKA – Opis metódy, ktorý nasleduje, je určený pre melasu, ale každý detail, okrem prípadnej potreby čerania Carrezovými roztokmi, je aplikovateľný na rafinádne sirupy.

5 Chemikálie a materiál

UPOZORNENIE A BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA:

POUŽÍVATELIA TEJTO METÓDY BY SA PRED PRÁCOU S TÝMITO ČINIDLAMI MALI OBOZNÁMIŤ S NÁRODNOU LEGISLATÍVOU TÝKAJÚCOU SA ZDRAVIA A BEZPEČNOSTI PRI PRÁCI.

Používajte len destilovanú vodu alebo vodu podobnej kvality. Chemikálie by mali mať stupeň čistoty pre analýzu alebo vyšší, pokiaľ nie je uvedené inak.

5.1 Carrezov roztok I – vo vode rozpustíte 21,9 g octanu zinočnatého a 3 g ľadovej kyseliny octovej. Doplníte vodou na objem 100 ml.

5.2 Carrezov roztok II – vo vode rozpustíte 10,6 g ferokyanidu draselného (hexakvanoželeznatan draselný). Doplníte vodou objem na 100 ml.

5.3 Metyloranž, približne 0,1 g/100 ml.

5.4 Kyselina chlorovodíková, približne 4,0 mol/l a približne 1,0 mol/l.

5.5 Kyselina chlorovodíková, približne 0,1 mol/l.

5.6 Roztoky hydroxidu sodného, približne 0,1 mol/l a 10 g/100 ml.

5.7 Luff Schoorlovo činidlo. Odvážite 86,2 g uhličitanu sodného (bezvodý), 31,3 g hydrogénuhličitanu sodného, 70,0 g citranu sodného a 25,0 g síranu meďnatého (práškový). Soli za sucha dobre pomiešajte a rozpustite za stáleho miešania v 800 ml studenej vody. Doplníte na 1 l.

5.8 Roztok tiosíranu sodného, 0,1 mol/l.

5.9 Roztok škrobu. Zmes 5 g rozpustného škrobu v 30 ml vody pridajte do 1 l vriacej vody. Varte 3 min, nechajte vychladnúť a ak je to potrebné, pridajte 10 mg jodidu ortuťnatého ako konzervačnej látky.

5.10 Kyselina sírová, približne 3 mol/l.

5.11 Roztok jodidu draselného, 30 g/100 ml.

5.12 Granulovaná pemza – vyvarená v kyseline chlorovodíkovej, opraná vo vode a vysušená.

5.13 3-metylbután-1-ol – alebo tekutý parafín, alebo roztok silikónu, ako odpeňovač.

5.14 Roztok fenolftaleínu, 1 g/100 ml. Rozpusťte 1 g fenolftaleínu v 60 ml priemyselného metylovaného liehu (denaturovaný alkohol) a doplňte vodou na objem 100 ml.

6 Prístrojové vybavenie

6.1 Stopky (1hod) – merajúce minúty a sekundy.

6.2 Vriaci vodný kúpeľ.

6.3 Jemná pemza – alebo sklené guľičky.

6.4 Kovový kruh – alebo iné vhodné zariadenie na zafaženie.

6.5 Odmerné banky – s objemom 100 ml, 250 ml.

6.6 Pipety – s objemom 25 ml, 50 ml.

6.7 Erlenmeyerova banka – s objemom 300 ml.

6.8 Spätný chladič.

6.9 Byreta – s objemom 50 ml.

6.10 Kadička – s objemom 300 ml.

6.11 Filtračný lievik.

6.12 Analytická váha – s rozlíšením 1 mg.

7 Postup

7.1 Štandardizácia Luff Schoorlovho činidla. Rozpusťte 2,375 g sacharózy (vysušenej pri 100 °C) v približne 100 ml vody v 300ml kadičke, pridajte 15 ml 1 mol/l kyseliny chlorovodíkovej a potrebné množstvo vody, aby ste získali objem 150 ml. Ohrejte na bod varu, varte 2 min, ochlaďte, pridajte 2 až 3 kvapky roztoku fenolftaleínu, zneutralizujte roztokom hydroxidu sodného 10 g/100 ml, preneste do 500 ml odmernej banky a zriedte vodou na objem 500 ml. Tento roztok obsahuje 0,005 g/ml ekvivalentu glukózy.

Napipetujte 50 ml tohto roztoku do 200ml odmernej banky a doplňte vodou po značku, aby ste získali roztok obsahujúci 1,25 mg/l ekvivalentu glukózy. Použite 25 ml tohto roztoku na titráciu Luff Schoorlovho činidla podľa postupu popísaného v bode 7.4, vrátane slepého pokusu. Použitých 31,25 mg redukujúceho cukru by malo dať 12,35 ml „rozdiel v spotrebe“ 0,1 mol/l tiosíranu sodného. Ak sa výsledok odlišuje, musí sa vypočítať „štandardizačný faktor, F “ a následne podľa neho upraviť koncentrácie. Pozri bod 8.1.

7.2 Príprava čereňého roztoku melasy. Odvážte 2,5 g melasy do 250 ml banky a pridajte 200 ml destilovanej vody. Vyčerte prídavkom 5 ml Carrezovho roztoku I, miešajte 1 min. Pridajte 5 ml Carrezovho roztoku II a znovu miešajte 1 min. Doplňte objem studenou vodou, pomiešajte a prefiltrujte.

7.3 Príprava hydrolyzovanej melasy. Pomocou pipety odoberte 50 ml tohto roztoku a preneste do 100ml odmernej banky. Pridajte niekoľko kvapiek roztoku metyloranže (5.3), a potom opatrne za neustáleho miešania pridávajte kyselinu chlorovodíkovú (4 mol/l), dokiaľ sa roztok nezafarbí úplne na červeno. Pridajte 15 ml kyseliny chlorovodíkovej (0,1 mol/l). Doplňte vodou na objem 100 ml a premiešajte. Odoberte najviac 25 ml roztoku, obsahujúcich aspoň 60 mg redukujúcich cukrov vyjadrených ako glukóza. Ak je to potrebné, doplňte na objem 25 ml a stanovte obsah redukujúcich cukrov metódou podľa Luffa Schoorla.

7.4 Titrácia metódou Luffa Schoorla. Pomocou pipety odoberte 25 ml Luff Schoorlovho činidla (5.7) do 300ml banky s okrúhlym dnom, pridajte presne 25 ml roztoku hydrolyzovanej

melasy (7.3) a pridajte niekoľko granúl pemzy alebo varných guľičiek (6.3). Nasaďte spätý chladič a umiestnite na drôtenú mriežku, pod ktorou horí plameň. Nastavte plameň tak, aby obsah banky zovrel za približne 2 min. Občas banku rukou pootočte, aby sa roztok premiešal. Varte presne 10 min: proti peneniu použite niekoľko kvapiek odpeňovača (5.13). Okamžite ochlaďte v studenej vode a asi po 5 min titrujte nasledovne: pridajte 10 ml roztoku jodidu draselného (5.11) a hneď potom (opatrne pre nebezpečie silného penenia) pridajte 25 ml 3 mol/l kyseliny sírovej (5.10). Titrujte s 0,1 mol/l roztokom tiosíranu sodného (5.8) až kým sa neobjaví matná žltá. Pridajte škrobový indikátor (5.9) a dokončite titráciu. Vykonajte rovnakú titráciu zmesi pozostávajúcej z 25 ml Luff Schoorlovho činidla a 25 ml vody. Pridajte 10 ml roztoku jodidu draselného (5.11) a 25 ml 3 mol/l kyseliny sírovej (5.10). Nevarte. Toto dáva slepý titer a tiež „rozdiel v spotrebe“, čo je rozdiel medzi titrom hydrolyzovanej melasy a slepým titrom.

POZNÁMKA – Reprodukovateľnosť metódy závisí na presnosti postupu. Napr. v bode 7.3 je nevyhnutné banku vložiť do silno vriaceho kúpeľa. Ponorenie nasledujúcich baniek musí byť rovnaké a v bode 7.4 doba varu musí byť presne 10 min, s následným prudkým ochladením.

8 Vyjadrenie výsledkov

8.1 Výpočet štandardizačného faktoru. Vypočítajte „rozdiel v spotrebe“ medzi štandardizačnou titráciou a slepou titráciou (7.1), vyjadrený v ml 0,1 mol/l roztoku tiosíranu sodného. Z tab. I. odčítajte množstvo ekvivalentu glukózy (v mg) pre „rozdiel v spotrebe“. Interpolujte, ak je to potrebné. Nech množstvo glukózy odčítanej z tab. I. = x , potom:

štandardizačný faktor, $F = 31,25/x$.

8.2 Výpočet celkových redukujúcich cukrov. Vypočítajte „rozdiel v spotrebe“ medzi titráciou vzorky a slepého pokusu (7.4), vyjadrený v ml 0,1 mol/l roztoku tiosíranu sodného. Z tab. I. odčítajte ekvivalent glukózy (mg) pre daný „rozdiel v spotrebe“. Nech množstvo glukózy (mg) odčítanej z tab. I. = y a množstvo vzorky použitej v bode 7.2 = m , potom:

Celkové redukujúce cukry (% m/m) = $2 \cdot F \cdot y/m$

8.3 Presnosť (4). Pre melasu obsahujúcu približne 50 % celkových redukujúcich cukrov (v rozpätí 40–60 %), by absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti nemal byť vyšší ako 1,64 %. Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť vyšší ako 2,59 %.

9 Literatúra

1. *Správa z 20. zasadania ICUMSA.* 1990, s. 329.
2. *Správa z 19. zasadania ICUMSA.* 1986, s. 232.
3. *Správa zo 20. zasadania ICUMSA.* 1990, s. 310–330.
4. Brereton P., Scotter M. J., Wood R.: *J. Assoc. Publ. Anal.*, 28, 1992, s. 51–62.

Preložila Alžbeta Korčeková