

## ICUMSA METÓDY LABORATÓRNEJ KONTROLY CUKROVARNÍCKEJ VÝROBY

## Metóda GS4/7-1 (1994)

**Stanovenie zjavnej sacharózy v melase  
metódou dvojitej polarizácie**

## prípustná metóda

**1 Rozsah**

Táto metóda, ktorá môže tvoriť základ zmlúv o obchodovaní s melasou, meria sacharózu v trstinovej alebo repnej melase bez prítomnosti vplyvu rafinózy, kestózy a iných neznámych látok, ktoré spôsobujú nárast opticky aktívnych látok, na hydrolyzu. Štúdiu ICUMSA potvrdili, že tieto vplyvy sú bežné, a preto sa takto získaný výsledok označuje za „zjavnú sacharózu“ (1). Táto metóda je potom myslená ako metóda na určenie hodnoty melasy na základe jej zjavného obsahu sacharózy, aby uspokojila požiadavky obchodu (2), avšak nie na meranie skutočnej sacharózy (3).

**2 Oblasť použitia**

Táto metóda sa môže použiť na všetky vzorky melasy (Všeobecná trieda 4).

**3 Definície pojmov (4)**

**3.1 Trstinová melasa** – je vedľajší produkt pri výrobe trstinového cukru alebo rafinácii. Je to tmavá vysoko viskózna kvapalina, z ktorej sa už ďalší cukor nedá získať normálnou kryštalizáciou.

**3.2 Repná melasa** – je vedľajší produkt pri výrobe repného cukru alebo rafinácii. Je to tmavá vysoko viskózna kvapalina, z ktorej sa už ďalší cukor nedá získať normálnou kryštalizáciou a obsahuje rozdielny cukorný profil ako trstinová melasa.

**4 Princíp metódy**

Sacharóza je opticky aktívna, a preto sa môže stanoviť v roztoku meraním uhla pootočenia polarizovaného svetla. Určenie obsahu sacharózy v prítomnosti iných cukrov je možné urobiť metódou dvojitej polarizácie podľa Herzfelda a Clergeta (5). Táto metóda je založená na zmene optickej otáčavosti po hydrolyze sacharózy kyselinou. Meria sa priama polarizácia a polarizácia po hydrolyze.

**5 Chemikálie a materiál**

UPOZORNENIE A BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA:

POUŽÍVATELIA TEJTO METÓDY BY SA PRED PRÁCOU S TÝMITO ČI-NIDLAMI MALI OBOZNÁMIŤ S NÁRODNOU LEGISLATÍVOU TÝKAJÚ- COU 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 Roztok základného octanu olovnatého.** Rozpusťte 560 g základného octanu olovnatého v približne 1 l destilovanej vody. Varte asi 30 minút a nechajte usadiť. Dekantujte tekutý supernatan a zriedte ho na hustotu 1,24 alebo 24,4 g PbO/100 ml celkového obsahu olova s čerstvo prevarenou destilovanou vodou. Skontrolujte obsah celkového olova presným meraním hustoty alebo stanovením celkového olova titračne, ako je popísané v Metóde GS1/2/3-1. Špecifikácia pre celkové olovo požaduje hustotu 1,24 ±0,01 alebo obsah celkového olova 24,4 ±1,0 g PbO/100 ml. Obsah základného olova má byť medzi 9,5 a 10,5 g PbO/100 ml. Ak je množstvo základného olova mimo tohto rozsahu, upravte činidlo pridaním ľadovej kyseliny octovej. Po úprave znovu preverte obsah celkového olova aj základného olova.

Roztok uchovávajte v nádobe uzavretej vzduchotesným uzáverom, aby sa predišlo kontaktu s oxidom uhličitým zo vzduchu. Pred uzavretím nádobu naplňte plynným dusíkom.

**5.2 Šťavelan draselný alebo sodný.**

**5.3 Roztok kyseliny chlorovodíkovej,** približne 2,5 mol/l. Odmerajte 215 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej,  $p_{20} \approx 1,18$  g/ml, a doplňte vodou na objem 1 l.

**5.4 Práškový zinok.****5.5 Kremelinový filtračný materiál.**

**5.6 Kruhové výseky rýchleho filtračného papiera** – napr. Whatman No. 541 o priemere približne 18 cm, alebo ekvivalentný.

**6 Prístrojové vybavenie**

**6.1 Polarimeter alebo sacharimeter** – kalibrovaný.

**6.2 Polarizačné trubice** – dĺžka 200 mm alebo 100 mm.

**6.3 Analytická váha** – s rozlíšením 1 mg.

**6.4 Lievik a zberná nádoba filtrátu.**

**6.5 Vodný kúpeľ** – udržiavaný na 69,0 ±0,5 °C.

**6.6 Teplomer** – s rozsahom 0–100 °C.

**6.7 Vodný kúpeľ** – udržiavaný na 20,0 ±0,5 °C.

**7 Vzorky**

**7.1 Príprava vzoriek.** Vzorky dôkladne pomiešajte.

**8 Postup**

Odvážte 65,000 ±0,002 g vzorky a preneste ju bez straty do 500ml odmernej banky s pomocou asi 100 ml vody, zvýšte objem na asi 150 ml a pomiešajte roztok krúžením banky.

Pridajte 40 ml roztoku základného octanu olovnatého (5.1) a pomiešajte krúžením. Doplňte roztok destilovanou vodou po značku a jemne pomiešajte. Roztok prefiltrujte. Odstráňte prvých 10 ml filtrátu a nazbierajte aspoň 100 ml filtrátu.

Do filtrátu pridajte dostatočné množstvo šfavelanu draselného alebo sodného (5.2), aby sa úplne vyzrážalo prebytkové olovo, miešajte. Prefiltrujte zmes, odstráňte prvých 10 ml filtrátu. Ak filtrát zostáva zakalený, môže byť potrebné použiť kremelinu (5.5) na zlepšenie filtrácie.

Odpipetujte 50 ml filtrátu do 100ml odmernej banky. Doplňte po značku, pri teplote  $20,0 \pm 0,5$  °C. V 200 ml polarizačnej trubici odmerajte polarizáciu,  $p$ . Pre tmavšie roztoky sa môže použiť 100 mm polarizačná trubica. Zaznamenajte teplotu,  $t$ , pri ktorej bolo meranie uskutočnené.

Odpipetujte ďalších 50 ml filtrátu do 100ml odmernej banky, pridajte 23 ml kyseliny chlorovodíkovej, 2,5 mol/l (5.3) a 7 ml vody.

Do banky ponorte teplomer a umiestnite ju do vodného kúpeľa s teplotou 69 °C. Krúžte bankou vo vodnom kúpeli po dobu 5 min od momentu, keď obsah banky dosiahol teplotu  $65,0 \pm 0,5$  °C.

Vyberte banku z vodného kúpeľa a rýchlo ochladte v chladnej tečúcej vode. Odstráňte z banky teplomer, opatrne ho opláchnite vodou do banky. Doplňte objem na 100 ml, pri 20 °C.

Odmerajte polarizáciu,  $i$ , v 200mm polarizačnej trubici. Tmavé roztoky je možné odfarbiť prídavkom 0,5–1,0 g práškového zinku (5.4). Veľmi tmavé roztoky je možné zriediť alebo merať v 100mm trubici. Ak je potrebné riedenie, odpipetujte 50 ml do 100ml odmernej banky a doplňte po rysku. Žiadne ďalšie riedenie nepoužívajte. Zaznamenajte teplotu,  $t$ , ktorá má byť rovnaká ako pri určení priamej polarizácie,  $p$ .

## 9 Vyjadrenie výsledkov

**9.1 Výpočet.** Na výpočet obsahu zjavnej sacharózy použite nasledujúci vzorec:

$$\text{Zjavná sacharóza, \% m/m} = \frac{100(P - I)}{132,66 - 0,5(t - 20)}$$

kde:

$P$  je hodnota polarizácie pred inverziou,

$(p \times 4)$  pre 200mm trubicu,  $(p \times 8)$  pre 100mm trubicu;

$I$  je hodnota polarizácie po inverzii,

$(i \times 4)$  pre 200mm trubicu,  $(i \times 8)$  pre 100mm trubicu;

$t$  je teplota (°C), pri ktorej bolo uskutočnené meranie.

Výsledky sa zaokrúhľujú na najbližších 0,05 %.

**9.2 Presnosť.** Presnosť tejto metódy nebola určená.

## 10 Literatúra

1. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA.* 1974, s. 87.
2. *The Analysis of Molasses.* United Molasses Co Ltd London, Section G2, 1992.
3. *Správa z 15. zasadania ICUMSA.* 1970, s. 56–59.
4. BAKER B. P. (ed.): *Composition, Properties and Uses of Molasses and Related Products.* United Molasses Co Ltd London, 1987.
5. *Správa z 15. zasadania ICUMSA.* 1970, s. 58–59.