

Metóda GS6-3 (1994)

Stanovenie polarizácie cukrovej repy macerátorom alebo metódou studenej vodnej digescie s použitím síranu hlinitého ako čeriacého činidla

oficiálna metóda

1 Rozsah

Táto metóda je použiteľná na čerstvo pripravenú a zmrazenú repnú kašu na polarimetrické stanovenie sacharózy (polarizácia) (1). Rezký musia byť rozmelnené.

2 Oblasť použitia

Táto metóda, ktorá môže tvoriť základ zmlúv na dodávky cukrovej repy, meria optickú otáčavosť (polarizáciu) pol-normálneho digerovaného roztoku z repnej kaše. Polarizácia sa vyjadruje v °Z Medzinárodnej cukorovej stupnice.

3 Definície

3.1 „Normálny roztok cukru“ sa definuje ako 26,0160 g čistej sacharózy odváženej vo vákuu a rozpustenej vo vode pri 20,00 °C na výsledný objem 100,000 ml. To zodpovedá 26,000 g sacharózy váženej na vzduchu a rozpustenej vo vode pri 20,00 °C na výsledný objem 100,000 ml.

3.2 „Pol-normálny roztok cukru“ sa pripraví takým spôsobom, aby hmotnosť repnej kaše a objem roztoku síranu hlinitého boli také, že koncentrácia repnej kaše v extrakte zodpovedá pol-normálnej hmotnosti sacharózy (13 g.100 ml⁻¹).

Základom nepresnosti v macerátore alebo metóde studenou digesciou je variabilnosť objemu šťavy v kaši, ktorá závisí od obsahu drene a väčšinou je v rozmedzí 20,7 a 23,0 ml v 26,0 g kaše (2).

Kvôli obtiažnosti odhadnutia objemu šťavy je objem roztoku síranu hlinitého často predmetom národných dohôd medzi kupujúcimi a predávajúcimi; napr. vo väčšine európskych krajín sú dohody založené na objeme šťavy 23 ml a veľkosti pipety 177 ml, čo dáva celkový objem 200 ml. Neexistujú medzinárodné dohody o objeme repnej šťavy.

3.3 Základom bodu 100°Z Medzinárodnej cukorovej stupnice je optická otáčavosť normálneho roztoku čistej sacharózy pri vlnovej dĺžke zelenej čiary izotopu ortuti ¹⁹⁸Hg (546,2271 nm vo vákuu) pri 20 °C v 200,000mm trubici. Hodnota tejto optickej otáčavosti v uhlových stupňoch je 40,777 ±0,001° a pre spektrálne filtrované žlté sodíkové svetlo (589,4400 nm vo vákuu) má bod 100 °Z hodnotu 34,626 ±0,001° uhlových.

Pre prístroje s kremenným klinom, pracujúce pri efektívnej vlnovej dĺžke 587,0000 nm, má bod 100 °Z hodnotu 34,934 ±0,001° uhlových.

4 Princíp metódy

Táto metóda je založená na metóde Sachsa a LE DOCTEA (3) a je modifikovaná pre použitie v macerátore a pre vodný roztok hlinitých solí ako čeriacého činidla (4, 5). Čerstvo pripravená alebo zmrazená kaša z cukrovej repy sa digeruje fixným objemom vodného roztoku síranu hlinitého, použitím macerátora alebo metódy studenej digescie, dávajúc „pol-normálny cukorný roztok“. Po filtrácii sa v čírom filtráte extraktu z kaše stanoví obsah cukru polarimetricky.

5 Chemikálie a materiál

Používajte len deionizovanú vodu alebo vodu podobnej čistoty.

5.1 Síran hlinitý – Al₂(SO₄)₃.18 H₂O, stupeň čistoty pre analýzu.

5.2 Roztok síranu hlinitého (5) – hustota ρ₂₀ ≈ 0,9987 g.ml⁻¹. Rozpusťte 3,0 g síranu hlinitého (5.1) v 1 000 ml deionizovanej vody, použijúc odmerný valec.

5.3 Lesklý papier – strojovo leštený papier, plošná hmotnosť 30 g.cm⁻², veľkosť približne 120 mm × 120 mm. Papier musí byť schopný zachytiť počas váženia všetku kašu (vrátane šťavy).

5.4 Filtračný papier, kremelína. Filtračný papier s vysokou filtračnou rýchlosťou, priemer 180 mm, stredná veľkosť pórov približne 3 μm. Papier sa nesmie pretrhnúť pri odstraňovaní po filtrácii.

POZNÁMKA – Ak sa zároveň stanovujú aj draslík, sodík a iné látky, preverte pred analýzou chemikálie a materiál na neprítomnosť týchto látok, najmä sodíka. Vylub sodíka z filtračného papiera by mal byť <0,1 mg sodíka na jeden filter. Pre zakalené filtry použite sodík-neobsahujúci kremelinový papier alebo pridajte sodík-neobsahujúcu kremelinu (napr. Celite 577, Manville Denver Co).

6 Prístroje a pomôcky

6.1 Presné váhy – s rozlíšením 0,01 g.

6.2 Miešacie zariadenie. Macerátor (laboratórny mixér alebo miešač): 12 000–15 000 ot.min⁻¹, prednostne s časovým spínačom s relé. Miešacia nádoba (mixovacia kadička), krátky tvar, približne 500 ml.

6.3 Laboratórne sklo. Filtračný lievik s objemom približne 100 ml – stopka lievika by sa nemala ponoriť do filtrátu. Kadičky na filtrát s výškou asi 11 cm a priemerom 6 cm, s objemom približne 300 ml; odmerný valec 1 000 ml; krycie sklíčka na kadičky.

6.4 Odmerné a automatické pipety – zodpovedajúce ICUMSA špecifikácii (6). Objem pipiet (175–180 ml) závisí od obsahu drene v kaši (3.2).

6.5 Polarimeter – kalibrovaný v °Z pri 20,00 °C.

6.6 Polarimetrické trubice a krycie sklíčka. Prietokové alebo z boku plnené polarimetrické trubice s dĺžkou špecifickou pre daný polarimeter (zvyčajne 200 mm alebo polovičná dĺžka pre veľmi tmavé číre filtráty) a krycie sklíčka zodpovedajúce ICUMSA špecifikácii (6); tolerancia pre odchýlku dĺžky trubice musí zodpovedať špecifikácii pre Triedu A.

6.7 Kremenné dosky – referenčná hodnota okolo 10 alebo 20 °Z; používajte štandardné kremenné dosky, ktoré boli certifikované uznávanou inštitúciou, ako je napr. Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Braunschweig, Nemecko) alebo dosky, ktoré boli porovnané s certifikovanými doskami.

6.8 Vodný kúpeľ – regulovaný na 20 °C $\pm 0,5$ °C.

7 Vzorky

7.1 Príprava kaše. Na stanovenie polarizácie (t.j. obsahu cukru) sa vyžaduje reprezentatívna subvzorka repy. Táto subvzorka je vo forme kaše, ktorá pozostáva z rozmeľenej repy a musí byť dostatočne jemná, aby sa rozpustné látky dali ľahko vyextrahovať. Doporučuje sa (7) používať rezačku (pílu) a aby aspoň 50 opraných repných buliev prešlo pílou tak, aby vznikla kaša o hmotnosti zodpovedajúcej 10 % hmotnosti vstupujúcej vzorky. Špeciálne navrhnuté rezačky s jedným alebo viacerými pilkovými plátni sú komerčne dostupné, ale neexistuje medzinárodná norma pre žiaden typ takejto rezačky. Ak sú vzorkou rezky, pred analýzou si vyžadujú ďalšie rozmeľenie.

Premiešajte a zhomogenizujte vzorku kaše; vzorka sa považuje za homogénnu (8), ak 6–8 paralelných testov nedáva rozdiel väčší ako 0,2 °Z. Vzorku kaše analyzujte ihneď po homogenizácii.

7.2 Príprava zmrazenej kaše. Postup pre zmrazovanie a skladovanie repnej kaše popísal BURBA ET AL. (9).

8 Postup

8.1 Príprava a čerenie roztoku vzorky. Z dobre premiešanej vzorky odvážte na lesklý papier 26,00 $\pm 0,05$ g čerstvo pripravenej, zmrazenej alebo rozmrazenej repnej kašev časovom intervale do 5 min. Preneste kašu (vrátane papiera) do miešacej nádoby (macerátora). Pridajte 177,0 $\pm 0,35$ ml, alebo iný odsúhlasený objem (pozri 3.2), roztoku síranu hlinitého z (automatickej) pipety (6.4). Uzavrite miešaciu nádobu vrchnákom, pripojte na motorový pohon a nechajte bežať aspoň 90 s pri 12000–15000 ot.min⁻¹. Odoberte nádobu z pohonu a umiestnite gumenú upchávku na dno nádoby (na zakrytie spojky na upevnenie nádoby k pohonu). Uvoľnite vrchnák a umiestnite nádobu do vodného kúpeľa.

Na digesciu studenou vodou pri približne 20 °C bez macerátora použite veľmi jemnú kašu. Miešajte alebo pretrepávajte rázne zmes kaša – síran hlinitý po dobu 5 min vo vopred vysušenej nádobe.

8.2 Spracovanie zmrazenej kaše. Ak sa má analyzovať zmrazená vzorka kaše, uistite sa, že bola skladovaná pri teplote –20 °C a nádoba, v ktorej bola vzorka kaše skladovaná, bola vzduchotesne uzavretá. Odvážte vzorku zmrazenú alebo po rozmrazení v chladničke pri +4 °C. Použite pomerovú váhu a dôkladne premiešajte zmes zmrazenej vzorky s roztokom síranu hlinitého o tak vysokej teplote, aby sa dosiahla teplota 20 ± 1 °C pre polarimetrické meranie.

8.3 Filtrácia roztoku. Prefiltrujte chladný (20 °C) macerát alebo digerát cez jednoduchý filtračný papier (pozri 5.4 a 6.3) a ak je to potrebné, použite aj 10 ml kremeliny. Počas filtrácie zakryte filtračný lievik, aby sa minimalizovalo odparovanie. Vylejte prvých 5 ml filtrátu.

8.4 Stanovenie polarizácie. Použite prietokové alebo z boku plnené polarizačné trubice (pozri 6.6). Vypláchnite a naplňte prietokovú trubicu s hlavným podielom filtrátu. Z boku plnenú trubicu vypláchnite dôkladne filtrátom aspoň dvakrát a naplňte ju tak, aby neobsahovala vzduchové bublinky; manipulujte s trubicou čo najmenej, aby sa predišlo jej zahriatiu. Polarizujte číry filtrát. Teplota polarimetra, polarizačnej trubice a filtrátu by mala byť 20,0 $\pm 0,1$ °C. Pri optickom polarimetri urobte štyri merania a priemer zaokrúhlite na 0,1 °Z.

POZNÁMKA – Ak teplota nie je 20,0 °C, postupujte podľa inde popísaných postupov (10) (pozri tiež Metódu GS1/2/3-1).

8.5 Štandardizácia polarimetra a použitie. Štandardizujte meranie polarimetra pomocou certifikovaných kremenných dosiek s nominálnou hodnotou medzi 10 a 20 °Z. Podľa toho, aká metóda štandardizácie a teplotnej korekcie sa aplikuje (pozri GS1/2/3-1, 8.4), sú potrebné určité parametre vzduchu, vody a kremennej dosky, ako aj teplota kremennej dosky a polarimetra.

8.6 Použitie automatizovaných systémov. Pre série analýz sa doporučuje integrovaný systém, ktorý zahŕňa pomerové váhy, miešaciu a filtračnú linku a automatický polarimeter. Pomerové váhy, použité v tomto procese, by mali byť nastavené na pomer hmotností 26:176,8, čo zodpovedá hustote (0,9987 g.ml⁻¹, vážené na vzduchu) a objemu 177 ml (pozri 5.2) čeriacieho roztoku. Neutrálna pozícia váh počas merania aj počas kalibrácie (závažie 26 g) sa dosiahne použitím hárku lesklého papiera alebo vytarovananej kadičky. V jednom cykle je možné stanoviť aj obsah draslíka, sodíka a iných zložiek repy.

9 Vyjadrenie výsledkov

9.1 Výpočet. Ak sa používa polarizačná trubica o dĺžke špecifickej pre daný polarimeter (zvyčajne 200 mm), vynásobte odčítanú hodnotu špecifickým faktorom (zvyčajne 2), aby ste získali obsah cukru v repe (% alebo °Z). Výsledok zaokrúhlite na 1 desiatinné miesto.

9.2 Presnosť. 11 Pre repu s priemerným obsahom cukru 18,7 °Z by absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti nemal byť vyšší ako 0,15 °Z. Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť vyšší ako 0,40 °Z.

Pre repu s priemerným obsahom cukru 16,8 °Z by absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti nemal byť vyšší ako 0,30 °Z. Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť vyšší ako 0,50 °Z.

10 Literatúra

1. PIECK R.: *Zuckerind.*, 117, 1992, s. 45.
2. *Správa z 13. zasadania ICUMSA.* 1962, s. 91.
3. LE DOCTE A.: *Int. Sugar J.*, 29, 1927, s. 488–492.
4. BURBA M., PUSCZ W.: *Zuckerind.*, 26, 1979, s. 249–251.
5. HOBBS J. K.: *Skúsenosti spoločnosti American Crystal Sugar Company pri nabrádzaní olova soľami hliníka na čerenie.* Referát na 22nd ASSBT General Meeting, 20.–24. február 1983, Phoenix, Arizona.

LISTY CUKROVARNICKÉ a ŘEPAŘSKÉ

6. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA.* 1974, s. 11–13.
7. *Správa z 12. zasadania ICUMSA.* 1958, s. 97.
8. *Správa z 18. zasadania ICUMSA.* 1982, s. 141.
9. BURBA M., HAUFE W., KRÜGER W.: *Zucker*, 28, 1975, s. 411–418.

10. *Správa z 19. zasadania ICUMSA.* 1986, s. 59–62.
11. *Správa z 21. zasadania ICUMSA.* 1994, s. 99.

preložila Alžbeta Korčeková