

## Metóda GS2/3/9-5 (2007)

# Stanovenie redukujúcich cukrov v prečistených cukroch metódou EDTA podľa Knighta a Allena

oficiálna metóda (1)

## 1 Rozsah a oblasť použitia (2)

Táto metóda je vhodná na stanovenie nízkych obsahov redukujúcich cukrov, napr. v bielych cukroch, zahŕňajúcich špeciálne biele cukry a plantážne biele cukry (3), až do 0,05 %. Takéto nízke hodnoty nie je možné uspokojivo stanoviť titráciou Fehlingovho roztoku.

## 2 Princíp

Roztok cukru sa zohrieva vo vriacom vodnom kúpeli s alkalickým meďnatým činidlom. Meďnaté ióny sa v prítomnosti redukujúcich cukrov redukujú na nerozpustný oxid meďný. Po ochladení sa zostatkové meďnaté ióny titrujú s EDTA s použitím murexidu ako indikátora.

## 3 Chemikálie

UPOZORNENIE A BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA: POUŽÍVATELOM TEJTO METÓDY SA ODPORÚČA OBOZNÁMIŤ SA S NÁRODNOU LEGISLATÍVOU TÝKAJÚCOU SA ZDRAVIA A BEZPEČNOSTI PRI PRÁCI A KONZULTOVAŤ S DODÁVATEĽMI CHEMIKÁLIÍ PRED MANIPULÁCIOU S ČINIDLAMI. HLAVNE SA VYHNÚŤ INHALÁCII PRÁŠKOVEJ METYLÉNOVEJ MODREJ POČAS ROZTIERANIA V BODE 3.3. POUŽÍVAJTE IBA CHEMIKÁLIE ANALYTICKEJ ČISTOTY, POKIAĽ NIE JE UVEDENÉ INAK.

**3.1 Alkalické meďnaté činidlo.** V 1 l banke rozpustíte 25 g uhličitanu sodného a 25 g vínanu sodno-draselného v asi 600 ml vody, ktorá obsahuje 40,0 ml roztoku 1,0 mol/l hydroxidu sodného. Rozpustíte 6,000 g síranu meďnatého ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) v asi 100 ml vody a kvantitatívne pridajte k alkalickému roztoku vínanu. Zriedte zmes na objem 1 l a dôkladne premiešajte.

**3.2 Roztok EDTA, 0,005 mol/l.** Pripravte roztok obsahujúci 1,860 g/l disodnej soli kyseliny etyléndiamíntetraoctovej (EDTA) ako je požadované a po použití vylejte.

Alternatívne môžete zriediť 50 ml roztoku 0,01 mol/l EDTA (komerčne dostupný) na 100 ml ako je požadované.

**3.3 Indikátor murexid.** Spolu rozotrite 0,5 g murexidu (amónna soľ kyseliny purpurovej) v práškovej forme, 0,15 g práškovej metylénovej modrej a 40 g chloridu sodného.

Indikátor je najlepšie skladovať v exsíkátore nad silikagélom (napr. Envirogel – [www.envirogel.co.uk](http://www.envirogel.co.uk)), pretože vlhké prostredie spôsobuje vznik hrudiek. Roztok indikátora nie je stabilný.

*POZNÁMKA – Murexid aj metylénová modrá sú dostupné len ako chemikálie na všeobecné použitie alebo ako indikátor.*

**3.4 Sacharóza** – obsahujúca menej ako 0,002 % redukujúcich cukrov (uvedená ako „low-invert“ – s nízkym obsahom invertu).

## 4 Prístrojové vybavenie

**4.1 Váhy** – s rozlíšením 2 mg.

**4.2 Skúmavky** – 150 mm × 20 mm.

**4.3 Biela porcelánová miska** – na titráciu, umožňujúca ľahké určenie koncového bodu.

**4.4 Vodné kúpele** – jeden udržiavaný na bode varu s nejakým držiakom skúmaviek, napr. diery vo veku; druhý obsahujúci vodu z vodovodu izbovej teploty alebo nižšej.

**4.5 Byrety a pipety.**

## 5 Postup

**5.1** Odvážte presne 5,0 g cukru do skúmavky a rozpustite v 5 ml destilovanej vody pretrepávaním bez zahrievania. Pridajte presne 5 ml alkalického meďnatého roztoku (3.1). Dôkladne premiešajte skúmavku a ponorte do vriaceho vodného kúpeľa na 5 min, potom okamžite ochlaďte v studenom kúpeli.

**5.2** Preneste obsah skúmavky aj oplachy do bielej porcelánovej misky, pridajte približne 0,1 g indikátora použitím malej špachtle alebo plochej sklenenej tyčinky a pomiešajte.

*POZNÁMKA – Ak sa skúmavka a jej obsah nechá stáť pred titráciou, vyzrážaný oxid meďný sa postupne rozpúšťa.*

**5.3** Titrujte roztok roztokom EDTA (3.2) za stáleho miešania magnetickým miešadlom alebo sklenenou tyčinkou. EDTA by sa mala pridávať z byrety do porcelánovej misky kontinuálne počas titrácie. Je potrebné miešať roztok po celý čas. Keď sa koncový bod začne približovať, rýchlosť pridávania EDTA sa môže znížiť na 2-3 kvapky za sekundu, ale nesmie sa prerušiť až do dosiahnutia koncového bodu. Je to kvôli tomu, že vytvorená farba sa môže stratiť kvôli oxidácii, to znamená, že ak bola titrácia prerušená, po obnovení titrácie sa môže určiť nesprávny koncový bod.

Zmena farby počas titrácie je postupná. Roztok je na začiatku zelený, prechádza do sivej a nakoniec do purpurovej. Tieto zmeny sú postupné, ale za koncový bod možno považovať, keď sa dosiahne prvá úplne purpurová farba (obsah celého roztoku je purpurový). Po ukončení titrácie si netreba všimnúť, ak dosiahnutá farba začne miznúť. Je to kvôli oxidácii a žiadne ďalšie množstvo EDTA sa už nemá pridávať.

Každú vzorku treba analyzovať dvojmo, aby sa zabezpečilo presné stanovenie redukujúcich cukrov. Zaznamenajte priemer dvoch titrov,  $T$  (ml).

Tab. I. Obsah redukujúcich cukrov

Titračný objem T (ml roztoku EDTA) (3.2)	Redukujúce cukry (%)	Titračný objem T (ml roztoku EDTA) (3.2)	Redukujúce cukry (%)
3,2 - 3,8	0,050	11,5 - 12,0	0,024
3,9 - 4,4	0,048	12,1 - 12,7	0,022
4,5 - 5,0	0,046	12,8 - 13,3	0,020
5,1 - 5,7	0,044	13,4 - 14,0	0,018
5,8 - 6,3	0,042	14,1 - 14,6	0,016
6,4 - 7,0	0,040	14,7 - 15,2	0,014
7,1 - 7,6	0,038	15,3 - 15,9	0,012
7,7 - 8,2	0,036	16,0 - 16,5	0,010
8,3 - 8,9	0,034	16,6 - 17,1	0,008
9,0 - 9,5	0,032	17,2 - 17,8	0,006
9,6 - 10,1	0,030	17,9 - 18,4	0,004
10,2 - 10,8	0,028	18,5 - 19,1	0,002
10,9 - 11,4	0,026		

## 6 Vyjadrenie výsledkov

**6.1 Výpočet.** Obsah redukujúcich cukrov sa získa z tab. I. alebo prednostne z kalibračnej krivky odvodennej z pridávania známych množstiev invertného cukru k sacharóze s nízkym obsahom invertu (3.4) a vykonaním horeuvedeného postupu. Pripravte roztok invertného cukru 10 g/l ako je uvedené v metóde ICUMSA GS1/3/7-3. Zriedte ho na roztok invertného cukru 0,5 g/l a pripravte štandardy s obsahom 0,05; 0,04; 0,03; 0,02; 0,01 a 0,000% invertu pridávaním vhodných množstiev tohto roztoku invertného cukru do čistých suchých skúmaviek a doplnením na objem 5 ml. Pridajte 5 g sacharózy s nízkym obsahom invertu a postupujte podľa horeuvedeného postupu.

Grafická metóda dáva lineárnu závislosť až do 0,05 g redukujúcich cukrov/100 g sacharózy.

**6.2 Presnosť** (1). Pre biele cukry obsahujúce 0,009 % až 0,04 % redukujúcich cukrov, by absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti nemal byť väčší ako 0,004 %. Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť väčší ako 0,007 %.

## 7 Literatúra

1. *Správa z 23. zasadania ICUMSA*. 2002, s. 310.
2. SCHNEIDER F. (ed.): *Sugar Analysis: ICUMSA Methods*. 1979, s. 59–61.
3. KESKAR V. S.: *Referee's Report, General Subject 9, ICUMSA*, 2006.

## 8 História

Knightova a Allenova metóda bola prvýkrát publikovaná v „ICUMSA Methods of Sugar Analysis“ od H. C. S. DeWhalleya z roku 1964. Bola znovu publikovaná v „Sugar Analysis: ICUMSA Methods“ od F. Schneidera z roku 1979 a v „ICUMSA Methods Book“ v roku 1994 ako oficiálna metóda GS2/3-5. Bola revidovaná v rokoch 1997 a 2001. V roku 2006 bola prečíslovaná na metódu GS2/3/9-5, aby pokryla použitie aj pre plantážne biele cukry.

Preložila Alžbeta Korčeková