

Metóda GS2/3-18 (2007)

Stanovenie turbidity roztokov bieleho cukru

oficiálna metóda (1)

1 Rozsah

Táto metóda sa používa na stanovenie turbidity roztokov bieleho cukru, pre cukry s farbou nepresahujúcou 50 IU.

2 Oblasť použitia

Táto metóda je určená pre cukry s farbou do 50 IU. Metóda sa nepoužíva v prípadoch, keď sa vyžaduje úprava pH, napr. keď farba presahuje 50 IU.

Metóda na stanovenie turbidity bieleho cukru je odvodená z ICUMSA metódy GS2/3-10 (2007). Všeobecne sa turbidita meria ako rozdiel farby cukorného roztoku pred filtráciou a po filtrácii. Takto meraná turbidita sa vyjadruje v jednotkách ICUMSA (IU). Túto metódu možno použiť na všetky kryštalické alebo práškové biele cukry a veľmi čisté sirupy (všeobecná trieda 2 a 3) za predpokladu, že ďalej uvedeným postupom možno pripraviť filtrovaný skúšobný roztok. Metóda je nevhodná pre cukry, ktoré obsahujú farbivé zložky, zákal alebo aditívne látky do takej miery, že nemožno použiť filtráciu.

3 Definície pojmov (2)

3.1 Transmittancia roztoku. Ak I_1 predstavuje žiarivú energiu dopadajúcu na prvý povrch roztoku a I_2 žiarivú energiu, ktorá opúšťa druhý povrch roztoku, potom

$$T = \frac{I_1}{I_2} = \text{transmittancia roztoku,}$$

($100T$ = transmittancia v percentách).

3.2 Priepustnosť. Ak T_{roz1} je transmittancia kyvety s roztokom a T_{rozp} transmittancia tej istej alebo rovnakej kyvety obsahujúcej čisté rozpúšťadlo, potom:

$$T_s = \frac{T_{roz1}}{T_{rozp}} = \text{priepustnosť roztoku.}$$

3.3 Absorbancia. Potom:

$$A_s = -\log_{10} T_s = \text{absorbancia roztoku.}$$

3.4 Index absorbancie. Ak b je dĺžka (v cm) absorbčnej dráhy medzi hraničnými vrstvami roztoku a c koncentrácia roztoku cukru (v g/ml), potom:

$$a_s = \frac{A_s}{bc} = \text{index absorbancie roztoku.}$$

3.5 Farba a turbidita podľa ICUMSA. Farba a turbidita podľa ICUMSA sa udáva ako tisícnásobok indexu absorbancie. Takto vypočítané hodnoty predstavujú jednotky ICUMSA (IU).

4 Princíp metódy

Biely cukor sa rozpustí v destilovanej vode tak, aby jeho koncentrácia v roztoku bola 50 %.

V tomto roztoku sa stanoví absorbancia a farba. Roztok sa potom prefiltruje cez membránový filter, aby sa odstránila turbidita. Znovu sa stanoví absorbancia a farba filtrovaného roztoku. Rozdiel dvoch hodnôt farby udáva turbiditu. Absorbancia sa meria pri vlnovej dĺžke 420 nm.

5 Chemikálie

Používajte iba destilovanú vodu alebo vodu porovnateľnej čistoty.

6 Prístrojové vybavenie

6.1 Prístroj – spektrofotometer alebo kolorimeter, ktorý dokáže merať priepustnosť svetelného žiarenia pri vlnovej dĺžke 420 nm so spektrálnou šírkou nie väčšou ako 5 nm. Prístroj by mal byť vybavený mriežkovým alebo hranolovým monochromátorom alebo interferenčným filtrom.

6.2 Kyvety – Používajte kyvety s dĺžkou minimálne 4 cm. Pre cukry s nízkou farbou sú lepšie kyvety s dĺžkou minimálne 10 cm. Môžete používať aj referenčnú kyvetu za predpokladu, že skúška s destilovanou vodou ukázala, že údaje získané z oboch kyviet sa líšia maximálne o 0,2 %. Iné dĺžky kyvety, napr. 5 cm, je možné použiť tiež, s primeranou zmenou vo výpočte.

6.3 Membránové filtre – nitrát celulózo-ové, veľkosť pórov 0,45 μm , priemer 47 mm.

POZNÁMKA – Veľkosť pórov sa určuje skúškou „bublínkových bodov“ (3).

6.4 Držiak na membránové filtre – mal by mať podstavec z nehrdzavejúcej ocele.

6.5 Ultrazvukový kúpeľ – na odvzdušnenie filtrovaného roztoku cukru.

6.6 Refraktometer – napr. typ Abbe, kalibrovaný pri 20 °C, s hranolom s vodným plášťom.

6.7 Laboratórne váhy – s rozlíšením 0,1 g.

6.8 Magnetické miešadlo.

6.9 Rôzne odmerné sklo – kadičky, filtračné banky a tyčinky na miešanie.

7 Postup

Dôkladne premiešajte vzorku cukru. Do 250 ml kónickej banky odvážite 50,0 \pm 0,1 g vzorky a 50,0 \pm 0,1 g destilovanej vody (5). Cukor rozpustite použitím magnetického miešadla.

Ak je v roztoku veľa bubliniek, zvyčajne pomôže pomalé miešanie roztoku alebo nechajte banku na chvíľu postáť. Ak to nepo-

môže, odvdzušnite roztok ponorením kadičky do ultrazvukového kúpeľa na 3 min. Bublínky však zvyčajne nie sú problémom pri príprave roztokov bieleho cukru.

Odmerajte sušinu roztoku na refraktometri. Je nevyhnutné vykonať tento krok, keďže aj malé chyby pri vážení môžu zmeniť koncentráciu a tak zmeniť aj výsledok. Ďalšie detaily postupu sú popísané v ICUMSA metóde GS4/3-13.

Vynulujte spektrofotometer, nastavený na vlnovú dĺžku 420 nm, pomocou deionizovanej alebo destilovanej vody.

Ak používate opakovane použiteľné kyvety, vypláchnite ich malým množstvom meraného roztoku a uistite sa, že kyvety sú zvonku čisté a suché.

Odmerajte absorbanciu $A_{vz, nefilt}$ nefiltrovaného roztoku pri vlnovej dĺžke 420 nm v kyvete primeranej dĺžky.

Vypočítajte farbu nefiltrovaného roztoku pomocou vzorca uvedeného nižšie.

Zvyšné množstvo vzorky prefiltrujte cez membránový filter (6.3) s použitím podtlaku do čistej a suchej kónickej banky.

Odvzdušnite roztok v kónickej banke ponorením do ultrazvukového kúpeľa na 3 min.

Odmerajte refraktometrickú sušinu (RDS) roztoku, s presnosťou $\pm 0,1$ g/100 g.

Odmerajte absorbanciu $A_{s, filt}$ filtrovaného roztoku pri vlnovej dĺžke 420 nm s použitím vhodnej kyvety. Vypočítajte farbu filtrovaného roztoku podľa vzorca uvedeného nižšie. Zaokrúhlite výsledky na najbližšie celé číslo.

8 Vyjadrenie výsledkov

8.1 Výpočet. Z hodnoty RDS filtrovanej a nefiltrovanej vzorky, zistenej podľa bodu 7, vypočítajte koncentráciu sušiny v roztoku, c .

Z hodnoty RDS stanovte interpoláciou hustotu roztoku vzorky ρ v kg/m^3 , a to buď z tab. I., z príslušnej tabuľky ICUMSA v SPS-4 alebo príslušnej rovnice (4). Koncentrácia roztoku vzorky (g/ml) bude potom daná vzorcom:

$$c = \frac{RDS \cdot \rho}{10^5}$$

POZNÁMKA – V prípade, ak používate tabuľky SPS-4, je namiesto údajov pre ρ potrebné brať hodnoty pre m_w/V . Pri používaní údajov pre ρ vzniká chyba rádu 0,1 %.

8.2 Výpočet farby a turbidity. Použite koncentrácie celkovej sušiny (g/ml), určené z refraktometrických údajov:

$$\text{Farba bez filtrácie} = \frac{A_{vz, nefilt} \cdot 1000}{(\text{dĺžka kyvety, cm}) \cdot (\text{koncentr. suš., g/ml})}$$

$$\text{Farba po filtrácii} = \frac{A_{vz, filt} \cdot 1000}{(\text{dĺžka kyvety, cm}) \cdot (\text{koncentr. sušiny, g/ml})}$$

$$\text{Turbidita} = (\text{Farba bez filtrácie}) - (\text{Farba po filtrácii})$$

Výsledok zaokrúhlite na najbližšie celé číslo.

POZNÁMKA – Farba po filtrácii je porovnateľná s hodnotami farby cukru získanými podľa ICUMSA metódy GS2/3-10 (2007).

8.3 Presnosť stanovenia. Na základe predbežných štúdií, pre cukry s turbiditou do 20 IU by absolútny rozdiel medzi dvomi výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti nemal byť väčší ako 3 IU. Pre cukry s turbiditou do 20 IU by absolútny

Tab. I. Hustota roztoku vzorky ρ v závislosti na hodnote refraktometrickej sušiny RDS

RDS (%)	Hustota ρ (kg/m^3)
47	1 213,3
48	1 218,7
49	1 224,2
50	1 229,7
51	1 235,2
52	1 240,7
53	1 246,3

rozdiel medzi dvomi výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti nemal byť väčší ako 5 IU.

9 Literatúra

1. LAKENBRINK C.: *Znalecká správa Triedy 7, ICUMSA*. 2006.
2. SCHNEIDER F. (ED.): *Sugar Analysis: ICUMSA Methods*. 1979, s. 125–126.
3. *Laboratórny katalóg Millipore: Millipore Intertech*. Bedford, Mass, 1991, 9.
4. *Správa z 20. zasadania ICUMSA*. 1990, s. 267–268.

Preložila Alžbeta Korčeková

ROZHLEDY

Rearick D. E., McKay Ch. Dělení aminokyselin z melas v chromatografických separačních systémech (Amino acid elimination in chromatographic milasses separation systems)

Aminokyseliny obsahujú kyselé i bázičné funkčné skupiny a môžu v závislosti na pH roztoku vystupovať ako anióny, kationy a nebo ambiony. Pretože je náboj ambionu nulový, majú aminokyseliny obsažené v melase (alanín, tyrosín, serín, threonín, leucín a izoleucín) tendenciu postupovať pri chromatografickej separácii spolu se sacharosou. Kyseliny glutamová, asparagová a betain jsou z 90 % při dělení v systému pohyblivého lože (SMB) separovány.

Zuckerind., 132, 2007, č.7, s. 549–552.

Číž

Lee Tu, Lin Y. Sh. Dimorfní forma sacharosu (Dimorphs of sucrose)

Pevná sacharosa rekrystalizovaná při 60 °C z vodného roztoku metanolu vykázala při dynamické diferenční kalorimetrii (10 °C/min.) dva endotermní vrcholy při 150 °C a 189 °C, zatímco komerční cukr jen jeden vrchol při 190 °C. Obsah vody v rekrystalizované sacharose byl 0,03 %, v komerčním cukru 0,49 %. Z výsledku rentgenové difraktometrie autoři soudí na přítomnost konformační polymorfie na glykosidické vazbě. Oba cukry vykázaly též různé křivky rozpustnosti ve vodě. Tato skutečnost navozuje problém kontroly kvality sacharosu při jejím speciálním použití, např. ve farmaceutickém průmyslu.

Int. Sugar J., 109, 2007, č.1303, s. 440–445.

Číž