

ICUMSA METÓDY LABORATÓRNEJ KONTROLY CUKROVARNÍCKEJ VÝROBY

Metóda GS6-1 (1994)

Stanovenie polarizácie cukrovej repy macerátorom alebo metódou studenej vodnej digescie s použitím octanu olovnatého ako čeriacého činidla

oficiálna metóda

1 Rozsah

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

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 cukornej 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 zriedeného vodného roztoku základného octanu olovnatého boli také, že koncentrácia repnej kaše v extrakte zodpovedá pol-normálnej hmotnosti sacharózy (13g/100ml).

Základom nepresnosti v macerátore alebo v 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 zriedeného roztoku octanu olovnatého 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 cukornej 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 200,000 mm trubici (3). Hodnota tejto optickej otáčavosti v uhlových stupňoch je $40,777 \pm 0,001^\circ$ a pre spektrálne filtrované žlté sodíkové svetlo (589,4400 nm vo vákuu) má bod 100 °Z hodnotu $34,626 \pm 0,001^\circ$ uhlových. Pre prístroje s kremenným klinom, pracujúce pri efektívnej vlnovej dĺžke 587,0000 nm, má bod 100 °Z hodnotu $34,934 \pm 0,001^\circ$ uhlových.

4 Princíp metódy

Táto metóda je založená na metóde Sachsa a Le DOCTEA (4) a je modifikovaná pre použitie v macerátore. Čerstvo pripravená alebo zmrazená kaša z cukrovej repy sa digeruje fixným objemom zriedeného vodného roztoku základného octanu olovnatého, použitím macerátora alebo metódy studenej digescie (20 °C), dávajúc „pol-normálny cukorný roztok“. Po filtrácii sa v čírom filtráte z kaše stanoví obsah cukru polarimetricky.

5 Chemikálie a materiál

UPOZORNENIE A BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA: POUŽÍVATELIA TEJTO METÓDY BY SA PRED PRÁCOU S OCTANOM OLOVNATÝM MALI OBOZNÁMIŤ S NÁRODNOU LEGISLATÍVOU TÝKAJÚCOU SA ZDRAVIA A BEZPEČNOSTI PRI PRÁCI.

Používajte len deionizovanú vodu alebo vodu podobnej čistoty.

5.1 Základný octan olovnatý – zodpovedajúci ICUMSA špecifikácii v prílohe 1 a so zrnitosťou pod 0,42 mm.

5.2 Roztok základného octanu olovnatého. Rozpustite 560 g základného octanu olovnatého v približne 1 l destilovanej vody. Varte asi 30 minút a nechajte usadiť. Dekantujte tekutý supernatant 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, Príloha 2. Špecifikácia pre celkové olovo požaduje hustotu, ρ_{20} , $1,24 \pm 0,01$ g/ml alebo obsah celkového olova $24,4 \pm 1,0$ 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 prevarte 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.

5.3 Zriedený roztok základného octanu olovnatého. Zriedte 45 ml (alebo 25 ml v závislosti od kvality repy) roztoku základného octanu olovnatého na 1 000 ml s prevarenou deionizovanou vodou alebo destilovanou vodou.

5.4 Lesklý papier – strojovo leštený papier, plošná hmotnosť 30 g/cm², veľkosť približne 120 mm × 120 mm. Papier musí byť schopný zachytiť počas váženia všetku kašu (vrátane šťavy).

5.5 Filtrační papír, kremelina. Filtrační papír s vysokou filtrační rychlostí, průměr 180 mm, středná velikost pórů přibližně 3 µm. Papír se nesmí přetrhnout při odstraňování po filtraci.

POZNÁMKA – Ak sa zároveň stanovujú aj draslík, sodík a iné látky, preverte pred analýzou chemikálie a materiál na neprítomnosť týchto látok, najmä sodíka. Výľub sodíka z filtračného papiera by mal byť <0,1 mg sodíka na jeden filter. Pre zakalené filtráty použite kremelinový papír 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, časový spínač 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 (5). 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 dvojnásobok tejto dĺžky) a krycie sklíčka zodpovedajúce ICUMSA špecifikácii (5); 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 ±0,5 °C.

7 Vzorky

7.1 Príprava kaše. Na stanovenie polarizácie (tj. obsahu cukru) sa vyžaduje reprezentatívna subvzorka repy. Táto subvzorka je vo forme kaše, ktorá pozostáva z rozmeľnenej repy a musí byť dostatočne jemná, aby sa rozpustné látky dali ľahko vyextrahovať. Doporučuje sa používať rezačku (pílu), 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 plátmi sú komerčne dostupné, ale neexistuje medzinárodná norma pre žiaden typ takejto rezačky. Ak sú vzorkou rezky, pred analýzou si vyžadujú ďalšie rozmeľnenie.

Premiešajte a zhomogenizujte vzorku kaše; vzorka sa považuje za homogénnu (6), ak šesť až osem 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 AT AL. (7).

8 Postup

8.1 Príprava a čerenie roztoku vzorky. Z dobre premiešanej vzorky odvážte na lesklý papír 26,00 ±0,05 g čerstvo pripravenej, zmrazenej alebo rozmrazenej repnej kaše, tak rýchlo ako je to možné (max. 5 min). Preneste kašu (vrátane papiera) do miešacej nádoby (macerátora). Pridajte 177,0 ±0,35 ml, alebo iný odsúhlasený objem (pozri 3.2), zriedeného roztoku základného octanu olovnatého z (automatickej) pipety.

Uzavrite miešaciu nádobu vrchnákom, pripojte na motorový pohon a nechajte bežať 3 min pri 12 000–15 000 ot/min. 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 rúzne zmes kaša – základný octan olovnatý 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 so zriedeným roztokom základného octanu olovnatého 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 papír (pozri 5.5) 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 ±0,1 °C. Pri optickom polarimetri urobte štyri merania a priemer zaokrúhľte na 0,1 °Z.

POZNÁMKA – Ak teplota nie je 20,0 °C, postupujte podľa inde popísaných postupov (8) (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, 8.3), 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 presný pomer medzi hmotnosťou kaše (26 g) a hmotnosťou zriedeného roztoku octanu olovnatého na základe hustoty (pozri 5.3) a použitého objemu (pozri 3.2) zriedeného roztoku základného octanu olovnatého.

Neutrálna pozícia váh počas merania aj počas kalibrácie (záväžie 26 g) sa dosiahne použitím hárku lesklého papiera alebo vytarovanej kadičky.

V jednom cykle je možné stanoviť aj obsah draslíka, sodíka a iných zložiek repy (pozri 5.5).

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 desatinné miesto.

9.2 Presnosť. Hodnoty opakovateľnosti a reprodukovateľnosti podľa normy ISO 5725 nie je možné vypočítať, nakoľko neboli vykonané medzilaboratórne testy.

10 Literatúra

1. *Správa z 12. zasadania ICUMSA.* 1958, s. 97.
2. *Správa z 13. zasadania ICUMSA.* 1962, s. 91.
3. *Správa z 19. zasadania ICUMSA.* 1986, s. 66–67.
4. LE DOCTE A.: *Int. Sugar J.*, 29, 1927, s. 488–492.
5. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA.* 1974, s. 11–13.
6. *Správa z 18. zasadania ICUMSA.* 1982, s. 141.
7. BURBA M., HAUFE W., KRÜGER W.: *Zucker*, 28, 1975, s. 411–418
8. *Správa z 19. zasadania ICUMSA.* 1986, s. 59–62.
9. *Správa z 13. zasadania ICUMSA.* 1962, s. 35.

PRÍLOHA 1: Špecifikácia základného octanu olovnatého (9)

- Základné olovo (PbO) . min. 33 %.
- Strata sušením
pri 105 °C max. 1,5 %.
- Nerozpustné látky v zriedenej
kyseline octovej . . max. 0,02 %.
- Nerozpustné látky
vo vode max. 1,0 %.
- Chloridy (Cl) . . . max. 0,003 %.
- Dusitany a dusičnany
(ako NO₃) max. 0,003 %.
- Meď (Cu) max. 0,002 %.
- Látky nevyzrážané s H₂S
(ako sírany) max. 0,30 %.
- Železo (Fe) max. 0,002 %.

Preložila Alžbeta Korčeková