

## Metóda GS6-7 (2007)

**Stanovenie draslíka a sodíka v cukrovej repe  
plameňovou fotometriou**

oficiálna metóda (1)

**1 Predmet**

Táto metóda, založená na metóde CAROLANA (2), CARRUTHERSA A OLD-FIELDA (3), DRAGOA ET AL. (4) a KUBADINOVA (5, 6), sa používa na stanovenie obsahu draslíka a sodíka v repnej kaši, po extrakcii a čerení za použitia octanu olovnatého, resp. síranu hlinitého. Z ekologických a zdravotných dôvodov by sa čerenie octanom olovnatým malo vylúčiť, keď je to možné.

**2 Oblasť použitia**

Metóda je použiteľná pre všetky číre rozpustené vzorky s vyhovujúcou nízkou viskozitou. Rozsah merania popísaný v tejto metóde je 3–80 mmol.kg<sup>-1</sup> repy pre draslík a 1–50 mmol.kg<sup>-1</sup> repy pre sodík.

**3 Definície**

Excitácia – účinok energie na prvky v ionizovanej forme, ktorá ich premení na atómy a spôsobí emitovanie špecifického elektromagnetického (viditeľného) žiarenia.

**4 Princíp metódy**

Obsah alkalických kovov v cukrovarníckych produktoch sa môže merať intenzitou elementárneho špecifického žiarenia.

Kovy, ktoré sa majú stanoviť, sa premenia na atómovú formu účinkom tepelnej energie plameňa a excituje sa emisia farebného svetla o charakteristickej vlnovej dĺžke pre každý kov. Intenzita tohto svetla je úmerná koncentrácii kovu za predpokladu, že ostatné podmienky zostali konštantné.

Emissná vlnová dĺžka draslíka je 766,5 nm a sodíka 589,0 nm. Pri používaní iných vlnových dĺžok je potrebné pre získanie detailov použiť príslušnú literatúru.

**5 Chemikálie a materiál**

UPOZORNENIE A BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA: POUŽÍVATELIA TEJTO METÓDY BY SA PRED PRÁCOU S TÝMITO ČINIDLAMI 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 Metódy GS6-1 a so zrnitosťou pod 0,42 mm.

**5.2 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<sup>-1</sup> 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,  $\rho_{20}$ , 1,24 ± 0,01 g.ml<sup>-1</sup> alebo obsah celkového olova 24,4 ± 1,0 g PbO.100 ml<sup>-1</sup>. Obsah základného olova má byť medzi 9,5 a 10,5 g PbO.100 ml<sup>-1</sup>. 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 1000 ml s prevarenou deionizovanou vodou alebo destilovanou vodou.

**5.4 Síran hlinitý** – Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>.18 H<sub>2</sub>O, stupeň čistoty pre analýzu.

**5.5 Roztok síranu hlinitého (7)** – hustota  $\rho_{20} \approx 0,9987$  g.ml<sup>-1</sup>. Rozpusťte 3,0 g síranu hlinitého (5.4) v 1000 ml deionizovanej vody, používajúc odmerný valec.

**5.6 Lesklý papier** – strojovo leštený papier, plošná hmotnosť 30 g.cm<sup>-2</sup>, veľkosť približne 120 mm × 120 mm. Papier musí byť schopný zachytiť počas váženia všetku kašu (vrátane štavý).

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

Pred analýzou prevarte všetky chemikálie a ostatné materiály, aby neobsahovali draslík a najmä sodík.

Výluh sodíka z filtračného papiera by mal byť <0,1 mg sodíka na jeden filter.

**5.8 Chlorid draselný** – stupeň čistoty pre analýzu, sušený 1 hod. pri 500 °C v kremennej alebo platinovej nádobe.

**5.9 Chlorid sodný** – stupeň čistoty pre analýzu, sušený 1 hod. pri 500 °C v kremennej alebo platinovej nádobe.

**5.10 Štandardné roztoky.** Chlorid draselný (969,8 mg) a chlorid sodný (760,5 mg) a 20,8 g sacharózy (16 °Z) rozpusťte v čeriacom roztoku (5.3 resp. 5.5) v 1000ml odmerných bankách, vytemperujte na 20 °C, doplňte po značku a dôkladne premiešajte ( $c_K = 100$  mmol.kg<sup>-1</sup> repy,  $c_{Na} = 100$  mmol.kg<sup>-1</sup> repy).

**5.11 Zriedené štandardné roztoky.** Podiely z každého štandardného roztoku sa preniesú do série 100ml odmerných baniek.

Objemy štandardných roztokov by mali byť v rozsahu od 3 ml do 80 ml pre draslík (3–80 mmol.kg<sup>-1</sup> repy) a od 1 ml do 50 ml pre sodík (1–50 mmol.kg<sup>-1</sup> repy). Banky doplňte po značku čeriacim roztokom (5.3 resp. 5.5), ktorý obsahuje 20,8 g.l<sup>-1</sup> sacharózy (16 °Z) a premiešajte.

Prídavok sacharózy je nevyhnutný, aby sa získali porovnateľné viskozity štandardného roztoku a vzorky.

## 6 Prístrojové vybavenie

**6.1 Prístroj.** Plameňový fotometer s prívodom plynu.

**6.2 Analytické váhy** – odcítateľnosť 1 mg.

**6.3 Odmerné banky** – trieda A, objemy 100 a 1 000 ml.

**6.4 Delené pipety** – trieda A, objemy 5 a 10 ml.

**6.5 Pipety** – trieda A, objemy 1, 10, 25 a 50 ml.

**6.6 Kadičky** – objem 100 a 250 ml.

**6.7 Misky na sušenie** – kremenné alebo platinové.

## 7 Vzorky

**7.1 Repná kaša.** Pre prípravu repnej kaše, ako aj prípravu a čerenie roztoku vzorky postupujte podľa postupu uvedeného v Metóde GS6-1 (octan olovnatý), resp. GS6-3 (síran hlinitý).

## 8 Postup

**8.1 Príprava vzorky.** S ohľadom na kalibračnú krivku (resp. charakteristiky krivky) vhodného plameňového fotometra, ktorý sa používa v automatizovaných repných laboratóriách, sa filtráty vzoriek môžu použiť priamo bez ďalšieho riedenia.

**8.2 Meranie.** Plameň prístroja sa nastaví na oxidáciu a zvolí sa vhodná vlnová dĺžka.

Pomocou rozprašovacej jednotky prístroja sa roztok vzorky vstrekuje do plameňa a odmeria sa hodnota emisie.

Štandardné krivky pre sodík, resp. draslík sa získajú rovnakým spôsobom, pričom sa použijú zriedené roztoky štandardov (5.11).

## 9 Vyjadrenie výsledkov

**9.1 Kalibračná krivka.** Hodnoty emisie štandardných vzoriek sa vynesú do grafu oproti zodpovedajúcim koncentráciám.

**9.2 Výsledky.** Koncentrácia draslíka, resp. sodíka v roztoku vzorky sa odčíta z príslušnej štandardnej krivky a vyjadrí v mmol.kg<sup>-1</sup> repy. V prípade, že je potrebné riedenie vzorky (8.1), treba vziať do úvahy zriedovací faktor.

**9.3 Presnosť.** Štatistické údaje pre opakovateľnosť a reprodukovateľnosť boli vypracované na základe medzinárodných medzilaboratórnych testov, v ktorých bola použitá lyofilizovaná repná kaša ako stabilný referenčný materiál a síran hlinitý ako čeriacie činidlo (1).

Kov	Priemerný obsah	Opakovateľnosť <i>r</i>	Reprodukovateľnosť <i>R</i>
	(mmol.kg <sup>-1</sup> repy)		
K	37,29	1,56	7,51
Na	6,92	0,84	2,72

## 10 Literatúra

- MARTIN D.: *Referee's Report General Subject 6*, ICUMSA, 2006.
- CAROLAN R. J.: *Int. Sugar J.*, 56, 1954, s. 167–210.
- CARRUTHERS A., OLDFIELD J. F. T.: *Správa z 11. zasadania CITS*. Elsevier, Amsterdam, 1962, s. 224–248.
- DRAGO J., AWAD A., DELAVIER H.-J.: *Z. Zuckerind.*, 92, 1967, s. 301–303.
- KUBADINOV N.: *Jabresber. Zuckerforschungs-Institut Wien*, 7. Folge, 1973, s. 65–67.
- KUBADINOV N.: *Jabresber. Zuckerforschungs-Institut Wien*, 8. Folge, 1974, s. 83–94.
- HOBBS J. K.: *Skúsenosti spoločnosti American Crystal Sugar Company pri nabrádzaní olova soľami hliníka na čerenie*. Referát na 22. ASSBT General Meeting, 20.–24. február 1983, Phoenix, Arizona.

## 11 História

Táto metóda bola prvýkrát zverejnená ako metóda „bez štatútu“ v Správe z 23. zasadania (2002). V roku 2005 bola publikovaná v Knihe Metód ako Návrh metódy č. 5. Uznaná za oficiálnu metódu pod číslom Metóda GS6-7 bola na 25. zasadaní v roku 2006.

preložila Alžbeta Korčeková

ROZHLEDY

### Koppar A., Pullammanappallil P. Porovnaní termofilní a mesofilní jednostupňové diskontinuální anaerobní fermentace řepných řízků – bez míchání (*Comparison of thermophilic and mesophylic singl-stage, unmixed, batch anaerobic di- gestion of sugar pulp*)

Vyslazené řepné řízky, dosud využívané jako krmivo, se v poslední době stávají pro vysokou výtěžnost metanu významnou surovinou pro tuto konverzi. V laboratorních podmínkách byla porovnávána fermentace v mezofilních (37 °C) a termofilních (55 °C) podmínkách v jednostupňovém, diskontinuálním anaerobním reaktoru. Vyslazené řízky s obsahem sušiny 22 % byly odebírány přímo z provozu cukrovaru a nebyly nijak upravovány. Při obou teplotách bylo dosaženo výtěžnosti metanu více než 0,3 m<sup>3</sup>.kg<sup>-1</sup> organické sušiny. Obecně byly výsledky z termofilního procesu mírně lepší v době fermentace a specifickém objemu vzniklého bioplynu. Avšak celkový podíl metanu v bioplynu, byl v mezofilních podmínkách mírně vyšší. Obsah těkavých organických kyselin byl v obou případech stejný. Organické dusíkaté látky byly v termofilních podmínkách zcela rozloženy, zatímco v mezofilních jen z 50 %. Celková doba konverze trvala při mezofilním procesu 17 dnů, obsah metanu v bioplynu byl 75 %, v termofilním procesu 9 dnů při průměrném obsahu metanu 62 %. Za termofilních podmínek byly dusíkaté látky zcela rozloženy za 39 dnů, za mezofilních trval tento rozklad 78 dnů. Maximální výtěžnost metanu při termofilní konverzi byla 2,89 při mezofilní 1,1 m<sup>3</sup>.d<sup>-1</sup>.

*Zuckerind.*, 134, 2009, č.9, s. 586–591.

Čiž