

METODE DOLOČANJA KAKOVOSTNIH KARAKTERISTIK SLADKORJA PRI INTERVENCIJSKEM ODKUPU

I. POSTOPEK ZA DODELJEVANJE TOČK

METODA 1

DOLOČANJE VSEBNOSTI PEPELA

1. Oprema

1.1 Inštrument za merjenje prevodnosti (konduktometer) z možnostjo merjenja do $0,5 \mu\text{S cm}^{-1}$ ⁽¹⁾ s točnostjo $\pm 2 \%$. Priporoča se uporaba merilnih celic, pri katerih je možno vzdrževanje temperature s pomočjo vodne kopeli $20^\circ\text{C} \pm 0,2^\circ\text{C}$.

1.2 Merilne bučke $100 \pm 0,05 \text{ ml}$, $500 \pm 0,25 \text{ ml}$ in $1000 \pm 0,40 \text{ ml}$.

1.3 Polnilne pipete $10 \pm 0,02 \text{ ml}$ ⁽²⁾.

Za pripravo vseh raztopin (raztopina sladkorja in raztopina kalijevega klorida) se mora uporabljati dvakrat destilirana ali deionizirana voda s specifično prevodnostjo manjšo od $2 \mu\text{S cm}^{-1}$.

Vse posode in pipete morajo biti pred uporabo dobro sprane z vodo enake kakovosti.

Konduktometer kalibriramo z N/5000 raztopino kalijevega klorida. V ta namen v vodi raztopimo 745,5 mg kalijevega klorida p.a., predhodno prežarjenega pri približno 500°C do rdečega žara, in v merilni bučki dopolnimo z vodo do 1 l.

10 ml te raztopine (N/100) odpipetiramo v 500 ml merilno bučko in dopolnimo z vodo do oznake.

Pri točno 20°C je specifična prevodnost te raztopine $26,6 \pm 0,3 \mu\text{S cm}^{-1}$ po tem, ko od izmerjene vrednosti odštejemo specifično prevodnost uporabljene vode.

Glede na vrsto konduktometrijske metode merjenja, se mora inštrument nastaviti tako, da pokaže zgoraj omenjeno vrednost plus specifično prevodnost vode; ali pa se zgoraj omenjena vrednost plus specifična prevodnost vode uporabita za izračun konstante celice.

¹ $\mu\text{S cm}^{-1} = 10^{-6} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$

² Prikazane tolerance odgovarjajo ali so v skladu z odločitvijo ISO

Pred vsako kalibracijo moramo pripraviti svežo raztopino kalijevega klorida.

2. Postopek

Pripravimo 28 % raztopino sladkorja tako, da raztopimo $31,3 \pm 0,1$ g sladkorja pri $20 \pm 0,2$ °C v 100 ml merilni bučki, ali pa raztopimo 28 g sladkorja in dopolnimo z vodo do 100 g.

Raztopino dobro premešamo in jo prenesemo v konduktometrijsko celico. Prevodnost izmerimo, ko je temperatura raztopine točno $20 \pm 0,2$ °C. Od odčitane vrednosti odštejemo 50 % vrednosti prevodnosti vode.

Dobljeni rezultat je:

$$C_{28} = C_{\text{odčitani}} - 0,5 C_{\text{vode}}$$

C = specifična prevodnost v $\mu\text{S cm}^{-1}$

Podpis 28 pomeni, da je uporabljena 28% raztopina sladkorja.

$$\text{\textasciitilde{Stevilo točk}} = 0,320 \times C_{28}$$

To je: $3,13 \mu\text{S cm}^{-1}$ je enako 1 točki ali 1 točka = 0,0018 % pepela.

$$\text{Pepel v \%} = 0,320 \times 18 \times 10^{-4} \times C_{28}.$$

Določitev specifične prevodnosti vode:

Enaka količina vode, kot je uporabljena za raztapljanje sladkorja, se v 100 ml merilni bučki meša na enak način kot pri raztapljanju sladkorja. Dopolni se do oznake in prevodnost izmeri pri približno 20 °C. Pri tem merjenju ni potrebna točna termostatska kontrola, ker so vse eventualne korekcije temperature manjše od pogreška meritve.

METODA 2

DOLOČANJE BARVE

Metoda Inštituta Brunswick

1. Oprema

1.1 Standardna Brunswick barvna lestvica 0 - 6

1.2 Škatla

Fluorescentno svetilko s svetlobnim izvorom dnevne svetlobe postavimo v spredaj odprto majhno škatlo globine 20 cm, širine 120 cm in višine 50 cm tako, da je pravokotna razdalja med svetilko in vzorcem sladkorja približno 35 cm.

Oči izvajalca morajo biti zaščitene pred neposredno svetlobo iz svetilke s ščitom, visokim približno 15 cm.

Priporoča se uporaba svetilke Osram HNT 120 ali Philips TL 25 W/55. Če se uporabljajo drugačne svetilke, se morajo predhodno preveriti glede na spektralno porazdelitev emitirane svetlobe.

Da bi se rumenkasta do rjavkasta barva sladkorja primerno odražala, se notranje stene škatle obarvajo z nesvetlečo rjavo barvo (na primer temna orehova barva). Na dno škatle postavimo bel pivnik, proti kateremu se barva sladkorja jasno odraža.

Majhno škatlo moramo postaviti tako, da je svetilka v višini oči. Med merjenjem vzorci ne smejo biti izpostavljeni direktni dnevni svetlobi, niti ne smejo biti izpostavljeni bližnjim svetlobnim virom, kar vse bi onemogočilo pravilno merjenje.

2. Postopek

Sladkor pretresemo v majhne kvadratne škatle, ki imajo belo ali svetlo modro notranjo oblogo (stranice 60 mm, višina 28 mm) in ga poravnamo s pokrovom. Pomembno je, da tako škatle z vzorcem kot škatle s standardnim vzorcem (etalonom) napolnimo do vrha.

Barva oblog v vseh škatlah mora biti popolnoma identična, sicer so dobljeni rezultati lahko napačni. Škatle moramo postaviti drugo poleg druge tako, da med njimi ni nobenega praznega prostora; zaradi tega okrogle škatle niso primerne.

Na začetku merjenja vzorec primerjamo grobo tako, da ga postavljamo v različne položaje glede na barvno lestvico. Nato ga skrbno primerjamo z barvo, ki mu je najbližja, tako da ga izmenično postavljamo levo in desno od te barve.

Rezultat je povprečje rezultatov meritev treh neodvisnih opazovalcev. Povprečje se izrazi z enim decimalnim mestom barvne lestvice.

Pri sladkorjih, pri katerih se velikost kristalov razlikuje od velikosti kristalov standardnih vzorcev (etalonov), opazujemo barvo in ne odboj kristalov.

Število točk = barvna enota $\times$ 2, to je 0,5 barvne enote = 1 točka.

METODA 3

DOLOČANJE BARVE V RAZTOPINI

1. Oprema

1.1 Oprema za pripravo raztopine:

- Erlenmajerica (200 ml)
- Vakuumska filtrirna naprava za membranske filtre
- Filtrirna bučka (500 ali 250 ml)
- Vakuumska črpalka

1.2 Membranski filtri s povprečnim premerom por $0,45\ \mu\text{m}$ (metoda živosrebrnega iztiskanja) ali $0,6\ \mu\text{m}$ (metoda Hagen-Poiseuille).

Koncentracija raztopine se določi refraktometrično.

Za merjenje absorbance lahko uporabimo vsak fotometer, s katerim je možno dovolj točno merjenje pri $420 \pm 20\ \text{nm}$.

Kivete moramo izbrati tako, da je pri primerjavi dveh kivet, napolnjenih z destilirano vodo, absorbanca enaka 0.

Dolžina kivet mora biti najmanj 3 cm.

2. Postopek

V erlenmajerico s širokim vratom natehtamo $50 \pm 0,1\ \text{g}$ sladkorja. Dodamo 50 g destilirane vode (tehtamo) ali 50 ml (volumen z graduiranim cilindrom) in raztopimo z močnim stresanjem ali s stresalnikom. Večja točnost koncentracije ni potrebna, saj se le-ta med filtriranjem lahko spremeni.

Medtem v destilirani vodi 10 minut namakamo membranski filter in ga nato položimo v napravo za filtriranje.

Med filtriranjem se iz raztopine odstrani tudi zrak.

Koncentracijo raztopine določimo refraktometrično ($^{\circ}\text{Brix}$), pri čemer moramo celico pred meritvijo dobro izprati z isto raztopino.

Kiveto moramo takoj zapreti.

Primerjalno kiveto napolnimo z destilirano vodo. Merimo takoj pri 420 nm. Vodo v primerjalni kiveti moramo predhodno prefiltrirati skozi membranski filter.

$$\text{Enote ICUMSA} = 1000 \times a_{420} = 1000 \times \frac{100 \times A_{420}}{l \times ({}^{\circ}\text{B}_x) \times d}$$

a_{420} = absorpcijski koeficient

A_{420} = odčitana absorbanca

l = dolžina poti (velikost kivete) v cm

d = specifična teža

${}^{\circ}\text{B}_x$ = refraktometrično določena koncentracija

$$\text{Število točk} = \frac{\text{Enote ICUMSA}}{7,5}$$

to je: 7,5 enot ICUMSA je ekvivalentno 1 točki.

II. DODATNI KRITERIJI

METODA 4

DOLOČANJE POLARIZACIJE

ICUMSA metoda 1 za surove sladkorje

1. Oprema

1.1 Polarimeter z mednarodno sladkorno skalo ($^{\circ}\text{S}$), usklajen z ICUMSA definicijo.

1.2 Analitska tehtnica s točnostjo $\pm 0,001$ g.

1.3 Merilna bučka 100 ml. Bučka mora biti posebno kalibrirana. Njen volumen mora biti $100 \pm 0,02$ ml ali korigiran do te točnosti.

200 mm polarimetrijske cevi morajo biti znotraj tolerance $\pm 0,03$ mm. Če se uporabljajo krajše cevi, morajo le-te imeti enako relativno točnost, na primer $100 \text{ mm} \pm 0,015$ mm. Površine na obeh straneh morajo biti vzporedne znotraj 10 kotnih stopinj. Rotacija nameščene cevi okoli njene optične osi ne sme povzročiti znatne spremembe izmerjene vrednosti. Končne plosče ne smejo imeti notranjih napetosti, ne smejo biti optično aktivne. Njihove površine morajo biti vzporedne znotraj 5 kotnih stopinj.

Uporabljeni filter papir mora imeti vsebnost vlage med 6 in 8 %.

2. Postopek

Natehnamo $26 \text{ g} \pm 0,002 \text{ g}$ sladkorja in ga s približno 60 ml destilirane ali demineralizirane vode prenesemo v merilno bučko (opisano zgoraj). Sladkor raztopimo brez segrevanja. Če je potrebno raztopino razbistriti, dodamo 0,5 ml alkalne raztopine svinčevega acetata. Ta reagent mora ustrezati zahtevam ICUMSA (Vir: de Whaley, ICUMSA metode analize sladkorjev (1964), str. 122). Dobro premešamo in z vodo dopolnimo skoraj do oznake. Če se pojavi pena, jo uničimo s kapljo alkohola ali etra. Bučko postavimo za 15 minut v termostatsko kontrolirano vodno kopel (glede temperature glej v nadaljevanju). Notranje stene vratu bučke obrišemo s filtrirnim papirjem. Dopolnimo do oznake s pomočjo pipete s fino konico. Vsebino bučke dobro premešamo z najmanj petkratnim obračanjem, pri čemer jo zapremo z roko. Če je bilo potrebno bistrenje, moramo prefiltrirati tako, da lahko v lij naenkrat vlijemo vseh 100 ml raztopine. Lij mora imeti kratek izliv, tako da ga lahko postavimo direktno na čašo, s čimer preprečimo izparevanje raztopine. Iz istega razloga lij pokrijemo z urnim steklom.

Predhodno očiščeno in osušeno polarimetrijsko cev dvakrat izperemo s približno dvema tretjinama volumna raztopine sladkorja. Pri polnjenju cevi moramo paziti, da v cev ne pridejo mehurčki zraka. Cev nato postavimo v polarimeter in 5 krat izmerimo s točnostjo $0,05^{\circ}\text{S}$.

a) Če uporabljamo saharimeter s kvarcno zagozdo, je optična rotacija celote odvisna od temperature. V takem primeru raztopino pred razredčitvijo do 100 ml temperiramo na temperaturo saharimetra. Razlika med obema temperaturama ne sme biti večja od $0,5^{\circ}\text{C}$.

Na vizualnih inštrumentih moramo opraviti 5 meritev s točnostjo $0,05^{\circ}\text{S}$. Srednjo vrednost izrazimo na stotinko $^{\circ}\text{S}$.

Saharimeter preverjamo s kvarcno ploščico, katere ekvivalentna vrednost je okoli 100°S .

Korekcija temperature za saharimetre s kvarcno zagozdo: Za vsako $^{\circ}\text{C}$ dodamo $0,03^{\circ}\text{S}$ oziroma odštejemo $0,03^{\circ}\text{S}$ za vsako $^{\circ}\text{C}$, nižjo od 20°C .

b) Če meritve izvajamo s polarimetrom z okroglo skalo, se priporoča uporaba cevi v plašču, povezanih z vodno kopeljo, kontrolirano na $20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$. Razredčenje raztopine do oznake moramo izvesti pri $20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$. Tudi kvarcna kontrolna plošča mora imeti temperaturo $20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$.

Če to ni možno, njeno vrednost ugotovimo na naslednji način:

$$St = S_{20} (1 + 0,00014(t - 20))$$

$$\text{Primer: } S_{20} = 98,45^{\circ}\text{S}; t = 23,8^{\circ}\text{C}$$

$$St = 98,45^{\circ}\text{S} (1 + 0,00014 \times 3,8) = 98,45 \times 1,00053 = 98,50^{\circ}\text{S}.$$

METODA 5

DOLOČANJE REDUCIRAJOČIH SLADKORJEV (INVERTNI SLADKOR)

1. Oprema

- 1.1 Vodna kopel
- 1.2 300 ml erlenmajerice
- 1.3 Pipete
- 1.4 Bireta, 50 ml

2. Reagenti

2.1 Müllerjeva raztopina: 35 g kristalnega bakrovega sulfata ($\text{CuSO}_4 \times 5 \text{H}_2\text{O}$, p.a.) raztopimo v 400 ml vroče destilirane vode. Posebej raztopimo 173 g Rochelle soli (K-Na tartrat) in 68 g brezvodnega natrijevega karbonata v 500 ml vroče vode. Obe raztopini ohladimo in prelijemo v 1 l merilno bučko ter z vodo dopolnimo do oznake. Raztopino dobro premešamo z 2 g aktivnega oglja, pustimo stati nekaj ur in nato filtriramo skozi gost filtrirni papir ali skozi membranski filter. Če se med hranjenjem raztopine v njej pojavijo majhne količine bakrovega (I) oksida, jo moramo ponovno prefiltrirati.

2.2 Ocetna kislina, 5N.

2.3 Raztopina joda, 0,0333 N.

2.4 Raztopina natrijevega tiosulfata, 0,0333 N.

2.5 Raztopina škroba: 1 % raztopina topnega škroba v nasičeni raztopini NaCl.

Točno koncentracijo raztopin joda in tiosulfata določimo na običajen način (npr. s kalijevim jodatom).

3. Postopek

V 300 ml erlenmajerici raztopimo 10 g sladkorja v destilirani ali demineralizirani vodi. Raztopino z vodo razredčimo do 100 ml. S pipeto dodamo 10 ml Müllerjeve raztopine, premešamo in postavimo v vrelo vodno kopel za 10 minut $\pm$ 5 sekund. Med postavljanjem erlenmajerice v vodno kopel vretje ne sme biti prekinjeno. Erlenmajerica mora biti potopljena v vodno kopel tako, da je nivo raztopine v njej 2 cm pod nivojem vode. Po končanem vretju hitro ohladimo pod curkom hladne vode. Pri tem raztopine ne smemo stresati, ker bi sicer kisik iz zraka oksidiral del oborjenega bakrovega (I) oksida. Po končanem ohlajanju dodamo 5 ml 5 N očetne kisline in takoj za tem, brez mešanja, v presežku znano količino 0,0333 N raztopine joda (med 20 in 40 ml). Raztopino stresamo, dokler ni raztopljen ves bakrov (I) oksid. Presežek joda retitriramo z 0,0333 N raztopino tiosulfata.

Od vrednosti porabljene raztopine joda (v ml), ki jo imenujemo "vrednost po vrenju", odštejemo naslednje korekcije:

- "slepa vrednost" je vrednost porabljene raztopine joda pri titraciji, pri kateri je namesto raztopine sladkorja uporabljena voda in ki se izvede na enak način kot postopek za "vrednost po vrenju". Za vsako novo pripravljeno raztopino Müllerjevega reagenta je dovolj izvesti eno korekcijo. Pri uporabi čistih reagentov korekcija ne sme presegati 0,1 ml.

- "vrednost brez vrenja" je vrednost porabljene raztopine joda, dobljena z raztopino sladkorja in dodanega Müllerjevega reagenta, ki ni bila prevreta, ampak je pred dodatkom očetne kisline stala pri sobni temperaturi 10 minut.

- "korekcija saharoze" upošteva reducirajočo sposobnost saharoze. Pod opisanimi pogoji (ob uporabi 10 g sladkorja) znaša ta 2,0 ml.

Po odštetju vseh treh korekcij dobimo vrednost porabljene raztopine 0,0333 N joda, katere 1 ml ustreza 1 mg invertnega sladkorja v vzorcu. 1 ml raztopine joda predstavlja tako 0,01 % invertnega sladkorja.

METODA 6

DOLOČANJE VLAGE

V predhodno stehtano aluminijasto posodo, opremljeno s tesnim pokrovom, ali v steklen tehtič z brušenim zamaškom, natehtamo najmanj 20 g nemletega sladkorja. Premer posod mora biti tak, da je sloj natehtanega sladkorja največ 1 cm. Za 20 g sladkorja je ta premer najmanj 6 cm.

Vzorec sušimo v sušilniku pri temperaturi 105 °C tri ure. Med sušenjem s posode odstranimo pokrov. V eksikatorju ohladimo do sobne temperature in stehtamo. Za tehtanje uporabimo analitsko tehtnico s točnostjo 0,1 mg.

$$\text{Vlaga \%} = \frac{\text{izguba mase v g}}{\text{g sladkorja}} \times 100$$