

Práce č. 1a: Rozbor rafinovaného cukru, surového cukru a melasy

Vedoucí práce: **Ing. Svatopluk Henke, Ph.D.**

Místnost: **b45, linka 3111**

Cíl práce: Analyzovat vzorky vybraných produktů cukrovarnické výroby.

Úkol: Stanovit popel, redukující látky dle Ofnera, vlhkost, polarizaci, barevné látky a typ barvy vzorku rafinovaného cukru. Na základě výsledků z jednotlivých stanovení rozhodnout o bodovém ohodnocení vzorku cukru a jeho zařazení do kategorií podle systému hodnocení cukru v EU.

Systém hodnocení cukru v EU

Kvalitativní hodnocení cukru je charakterizováno bodovým součtem tzv. eurobodů. Provedou se analýzy a výpočty jednotlivých parametrů. Způsob hodnocení je jednoduchý: polarizace, obsah redukujících látek a vlhkost jsou limitovány hodnotami; obsah popela, barva roztoku a porovnání s typem jsou bodově ohodnoceny.

parametr	cukr extra bílý	cukr bílý (cukr)	cukr polobílý
polarizace (°Z)	min 99,7	min 99,7	min 99,5
invertní cukr (%)	max 0,04	max 0,04	max 0,1
vlhkost (%)	max 0,06	max 0,06	max 0,1
	body	body	body
popel konduktometricky (%)	max 6 0,0108	- -	- -
barva roztoku (IU)	max 3 22,5	- -	- -
typ barvy	max 4 2	max 9 4,5	- -
celkový počet bodů	max 8	- -	- -

1 bod odpovídá: 0,0018 % popela

0,5 jednotky typu barvy

7,5 IU jednotky barvy při 420 nm

ROZBOR RAFINOVANÉHO CUKRU

Vlhkost

Do vysušené hliníkové váženky o známé hmotnosti se vnese asi 20 g cukru (průměr váženky se volí takový, aby tloušťka vrstvy nepřesáhla 1 cm - pro 20 g cukru musí být průměr alespoň 6 cm), zjistí se s přesností na 0,1 mg jeho hmotnost a suší se 180 min při 105 °C. Po vychladnutí uzavřené váženky v exsikátoru se zjistí hmotnost vysušeného cukru a vlhkost se vyjádří v %. Rozdíl dvou paralelních rozborů se nemá lišit o více než 20 % od jejich průměru.

Polarizace

Naváží se 52,00 g rafinovaného cukru a převede se do 200 cm³ odměrné baňky a cukr se rozpustí kruhovým mícháním. Stěny a hrdlo baňky se opláchnou, aby se spláchly všechny ulpělé krystaly cukru. Roztok v odměrné baňce se doplní po teplotě na 20 ± 0,2 °C ke značce. Po promíchání se provede polarizace v 200 mm dlouhé polarizační trubici. Nález polarimetru udává obsah sacharosy v %. Rozdíl mezi dvěma stanoveními nemá být větší než 0,1 %.

Polarizaci lze rovněž zjistit výpočtem z obsahu vlhkosti následovně: $P = 100 - (W + 2,5 A)$, kde W je obsah vody (%) a A je obsah konduktometrického popela (%).

Barevné látky

100 ± 0,1 g rafinády se rozpustí ve 200 cm³ odměrné baňce v destilované vodě, vytemperuje na 20 °C, doplní ke značce. Roztok se zfiltruje (membránový filtr 0,6 μm předem ponořit na 10 min do destilované vody) a provede se měření absorbance na spektrofotometru při vlnové délce 420 nm v kyvetě o délce vrstvy 50 mm proti destilované vodě. Z naměřených hodnot se

vypočtou barevné látky v jednotkách ICUMSA c_B podle vztahu:

$$c_B = \frac{2000 * A}{L}$$

kde A je absorbance roztoku rafinády (1) a L je délka vrstvy (cm) .

Hodnocení rafinády srovnáním s typem barvy

Typové řady jsou vzorky cukrů, odstupňované podle barvy. U krystalů a krupic má typová řada 6 členů, u moučky a kostek 3 členy. Typové řady v krabičkách z plexiskla připravuje a dodával VÚC Praha. Rafináda určená k hodnocení se naplní do prázdné krabičky, která je stejná jako u typové řady a provede se srovnání s typovou řadou. Výsledek hodnocení se vyjadřuje jako typové číslo. Stanovuje se průměr tří nezávislých pozorovatelů.

typové číslo	hodnocení vzorku rafinády
0,5	lepší než typ 1
1	stejná jako typ 1
1,5	horší než typ 1 a lepší než typ 2
2	stejná jako typ 2
2,5	horší než typ 2 a lepší než typ 3
3	stejná jako typ 3
3,5	horší než typ 3 a lepší než typ 4
4	stejná jako typ 4
4,5	horší než typ 4 a lepší než typ 5
5	stejná jako typ 5
5,5	horší než typ 5 a lepší než typ 6
6	stejná jako typ 6
6,5	horší než typ 6

Popel

10,00 g cukru se rozpustí ve 200 cm³ odměrné baňce v destilované vodě o měrné vodivosti nejvýše 4 μS.cm⁻¹. Získaný roztok se před doplněním vytemperuje na teplotu 20 ± 0,2 °C. Vodivost vzniklého roztoku se změří na konduktometru a výsledná hodnota má být průměrem tří odečtů. Obsah konduktometrického popela A v % se vypočítá podle vztahu:

$$A = 1800 C (G - 0,9 G_w),$$

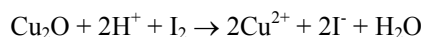
kde G je naměřená vodivost cukerného roztoku (S), G_w je vodivost použité destilované vody (S), C je konstanta elektrodové nádoby (cm⁻¹). Rozdíl mezi dvěma stanoveními nemá být větší než 0,003 %.

Stanovení redukujících látek podle Ofnera

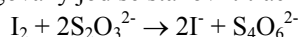
Sacharidy, které mají volnou karbonylovou skupinu, jsou schopné redukovat reakční směsi. Reakce probíhá v alkalickém prostředí a není stechiometrická, a proto je nutné dodržovat reakční podmínky dané návodem.

Princip Ofnerovy metody

U Ofnerovy metody se využívá schopnosti volné karbonylové skupiny redukovat v zásaditém prostředí dvojmocný měďnatý kation na jednomocný. Kation Cu^+ je jodometricky stanoven tak, že v kyselém prostředí (pH = 6,5) je jodem zpětně oxidován na Cu^{2+} .



Nezreagovaný jod se stanoví titračně thiosíranem podle rovnice



Konec titrace se indikuje modrým zbarvením škrobu. Ofnerovy metody se nejvíce používá při stanovení obsahu invertního cukru v cukrovarnických produktech.

Pracovní postup

50 cm³ roztoku, který obsahuje 10 g zkoušené rafinády se vpraví do varné baňky o objemu 250 – 300 ml, přidá se 50 cm³ Ofnerova měďnatého činidla a vloží se varné kamínky. Roztok se uvede do varu během 4 až 5 min. Roztok se mírně vaří přesně 5 min, načež se ochladí vložení baňky do studené vodní lázně. Do ochlazené tekutiny se přidá 15 cm³ 3,6% kyseliny chlorovodíkové a ihned nato 20 cm³ roztoku I₂ o c = 0,0162 mol.dm⁻³ přesně. Baňka se ihned zazátkuje, občas se roztok krouživým pohybem promíchá, po 2 min stání se přidá 5 cm³ škrobového indikátoru a přebytečný jod se titruje roztokem Na₂S₂O₃ o c = 0,0323 mol.dm⁻³. Spotřeba cm³ roztoku jodu, ekvivalentní vyloučenému oxidu měďnému se vypočte odečtením spotřeby cm³ roztoku thiosíranu od cm³ přidaného roztoku jodu (20 cm³).

Množství redukujících cukrů v pipetovaném množství (50 cm³) se vypočte podle následujícího vztahu: 1 cm³ roztoku I₂ o c = 0,0162 mol.dm⁻³ odpovídá 1 mg invertního cukru.

Je-li spotřeba jodového roztoku vyšší než 15 cm³, je nutné stanovení opakovat s polovičním, případně ještě menším množstvím zkoušeného roztoku redukujících cukrů. Celkový objem reakční směsi musí být zachován a upravuje se destilovanou vodou. Obsah redukujících cukrů ve vzorku se uvede v %.

Použité roztoky

Ofnerův měďnatý roztok

5,0 g CuSO₄ · 5 H₂O, 10,0 g bezvodého Na₂CO₃, 300 g krystalického vinanu sodnodraselného a 50 g krystalického hydrogenfosforečnanu sodného Na₃PO₄ · 12 H₂O se rozpustí za chladu v 1000 cm³ odměrné baňce v destilované vodě. Potom se obsah baňky zahřívá 2 h na vroucí vodní lázni. Po ochlazení roztoku se baňka doplní po značku, přidá se trochu aktivního uhlí, promíchá se a filtruje. Roztok nutno uchovávat v láhvi z hnědého skla. Po dlouhodobém stání se z roztoku vylučuje usazenina obsahující oxid měďný. Je proto nutné před dalším použitím roztok přefiltrovat.

Roztok I₂ o c = 0,0162 mol.dm⁻³

Připravíme jej tak, že 4,1 g I₂ se rozetře s 20 g KI a trochou vody. Po rozpuštění se objem upraví na 1000 cm³. Je nutné stanovit faktor.

Roztok Na₂S₂O₃ o c = 0,0323 mol.dm⁻³

Rozpustí se 8,00 g Na₂S₂O₃ · 5 H₂O v 500 cm³ destilované vody a přidá se 0,4 g Na₂CO₃. Roztok se doplní na objem 1000 cm³. Připravený roztok je nutno nechat nejméně 1 týden stát.

Škrobový indikátor

0,5% roztok bramborového škrobu.

Stanovení faktoru roztoku Na₂S₂O₃ o c = 0,0323 mol.dm⁻³

0,317 g dvojjchromanu draselného K₂Cr₂O₇ p.a. se rozpustí ve vodě a doplní na 200 cm³. Do titrační baňky 500 cm³ se odpipetuje 20 cm³ tohoto základního roztoku, přidá se 1cm³ 96% H₂SO₄ a 15 cm³ 15% roztoku jodidu draselného. Směs se promíchá a nechá 5 minut stát uzavřená zátkou. Po pětiminutovém stání se zátka opláchne do baňky a roztok se zředí vyvařenou destilovanou vodou na objem 250 cm³. Titruje se roztokem thiosíranu sodného do zmizení žlutého zabarvení, pak se přidá 1-2 cm³ škrobového roztoku a dotitruje se do zmizení modré barvy.

Faktor thiosíranu se vypočítá podle vzorce:

$$f = \frac{20}{a},$$

kde a je spotřeba thiosíranu v cm³.

Stanovení faktoru roztoku jodu o c = 0,0162 mol.dm⁻³

Faktor roztoku se stanovuje roztokem Na₂S₂O₃ o koncentraci 0,0323 mol.dm⁻³, kde 1 cm³ thiosíranu se rovná 1 cm³ roztoku jodu, ovšem v případě faktorů f = 1.