

MINISTERSTWO HANDLU ZAGRANICZNEGO I GOSPODARKI MORSKIEJ CENTRALNY INSPEKTORAT STANDARYZACJI	NORMA BRANŻOWA WYMAGANIA IMPORTOWE	BN-77 <hr/> 8121-05
	Soki i koncentraty soków z owoców cytrusowych Oznaczenie cukrów metodą Luff-Shoorl'a	
		Grupa katalogowa XII 59

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości cukrów w sokach i koncentraty soków z owoców cytrusowych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metoda może być stosowana do oznaczania cukrów bezpośrednio redukujących oraz, po przeprowadzeniu inwersji, do oznaczania cukrów ogółem w sokach i koncentraty soków z owoców cytrusowych. Metoda obowiązuje jako odwoławcza w przypadku sporów. Do badań rutynowych może być stosowana metoda Lane Eynona wg PN-71/A-75101 p. 3. 2.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Metoda Luff-Shoorl'a polega na reakcji cukrów prostych z alkalicznym roztworem Luff'a w wyniku czego następuje redukcja miedzi II-wartościowej do tlenku miedziowego. Powstała ilość tlenku miedziowego oznacza się pośrednio przez miereczkowanie tiosiarczanem. Oznaczając cukry nieredukujące konieczne jest uprzednie przeprowadzenie inwersji.

2.2. Aparatura i materiały

- a) Łaźnia wodna z regulacją temperatury.
- b) Typowy zestaw szkła laboratoryjnego.

2.3. Odczynniki

a) Roztwór Luff'a. W kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ rozpuścić 50 g kwasu cytrynowego (C₆H₈O₇ · H₂O) cz. w 50 cm³ ciepłej wody. Dodać 388 g krystalicznego węglanu sodowego (Na₂CO₃ · 10 H₂O) cz. lub 143,73 g węglanu sodowego (Na₂CO₃) cz. rozpuszczonego uprzednio w 350 cm³ ciepłej wody. Wymieszać. Dodać 25 g krystalicznego siarczanu miedziowego (CuSO₄ · 5 H₂O) cz. d. a. rozpuszczonego w 100 cm³ wody. Zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski. Roztwór po upływie kilku dni przesączyć lub zdekantować.

b) Roztwór Carreza I: 150 g żelazocyjanku potasowego (K₄Fe(CN)₆ · 3 H₂O) cz. rozpuścić w wodzie i uzupełnić do objętości 1 dm³.

c) Roztwór Carreza II: 300 g siarczanu cynkowego (ZnSO₄ · 7 H₂O) cz. rozpuścić w wodzie i uzupełnić do objętości 1 dm³.

d) Jodek potasowy: 166 g jodku potasowego (KJ) cz. rozpuścić w wodzie i uzupełnić do objętości 1 dm³. (Przygotować świeży każdorazowo przed użyciem).

e) Kwas solny cz. (1,19).

f) Wodorotlenek sodowy cz. roztwór 20-procentowy.

g) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

h) Rodanek potasowy cz., roztwór 20-procentowy.

i) Tiosiarczan sodowy cz., roztwór mianowany 0,1N.

j) Kwas solny cz., roztwór 25-procentowy (1,125).

k) Skrobia rozpuszczalna cz., roztwór 1-procentowy stabilizowany amidem kwasu mrówkowego.

Do sporządzania odczynników należy stosować wodę destylowaną.

2.4. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy

2.4.1. Pobieranie próbek do analizy - wg PN-72/A-75050.

2.4.2. Przygotowanie próbki do analizy

2.4.2.1. Soki z owoców cytrusowych. 25 cm³ soku odmierzyć pipetą do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, dodać około 25 cm³ wody destylowanej. Następnie dodać 2,5 cm³ roztworu Carreza I, zawartość kolby wymieszać i odstawić na 5 min. Dodać 2,5 cm³ roztworu Carreza II, wymieszać i dopełnić do kreski wodą destylowaną i ponownie wymieszać. Po 15 min przesączyć przez fatdowany sącdek do suchego naczynia. W przypadku niedostatecznego sklarowania roztworu odbiałczenie należy powtórzyć stosując po 5 cm³ roztworów Carreza.

W celu oznaczania zawartości cukrów bezpośrednio redukujących odmierzyć 50 cm³ przesącza otrzymanego po odbiałczeniu do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą destylowaną do kreski, starannie wymieszać i wykonać oznaczenie zgodnie z 2.5.

Zawartość produktu badanego w 100 cm³ roztworu wynosi 5 cm³. Do oznaczania zawartości cukrów ogółem odmierzyć 50 cm³ przesącza, po odbiałczeniu do kolby pomiaro-

Zgłoszona przez Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej - Centralny Inspektorat Standaryzacji
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Inspektoratu Standaryzacji dnia 17 listopada 1977 r. zarządzeniem 237/N/77
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3 /1978 poz.18)

wej pojemności 100 cm³ (co odpowiada 5 cm³ próbki w 100 cm³) i przeprowadzić inwersję wg 2.4.2.3.

2.4.2.2. Koncentraty soków z owoców cytrusowych. 25 g wymieszanej średniej próbki laboratoryjnej odważyć z dokładnością do 0,01 g w zlewce, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i uzupełnić wodą zawartość kolby do kreski. Następnie odmierzyć 50 cm³ do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i przeprowadzić odbiałczanie za pomocą płynów Carreza wg 2.4.2.1. Do oznaczania cukrów bezpośrednio redukujących odmierzyć pipetą 50 cm³ przesącza po odbiałczeniu do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą destylowaną do kreski, wymieszać i wykonać oznaczenie wg 2.5.2 bez przeprowadzania inwersji. Masa produktu w 100 cm³ roztworu wynosi 1 g. W celu przeprowadzenia oznaczania zawartości cukrów ogółem odmierzyć 50 cm³ przesącza uzyskanego po odbiałczeniu do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać około 30 cm³ wody destylowanej i przeprowadzić inwersję wg 2.4.2.3. (Masa produktu w 100 g roztworu wynosi 1 g).

2.4.2.3. Wykonanie inwersji. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, do której odmierzono odpowiednią ilość roztworu pozbawionego białka zgodnie z 2.4.2, dodać 5 cm³ stężonego kwasu solnego i umieścić w kolbie termometr. Następnie wstawić kolbę do gorącej łaźni wodnej i ogrzać jej zawartość do 68°C. Od tej chwili utrzymać wewnątrz kolby temperaturę 68±70°C dokładnie przez 5 min. Po tym czasie kolbę wraz z zawartością szybko schłodzić strumieniem zimnej wody do 20°C i roztwór w kolbie zubożyć 20-procentowym roztworem NaOH, stosując jako wskaźnik 2 ± 3 krople oranżu metylowego. Po ponownym ochłodzeniu kolby dopełnić jej zawartość wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

2.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć pipetą 25 cm³ roztworu Luff'a i 10 cm³ roztworu badanego przygotowanego wg 2.4.2. Uzupełnić wodą destylowaną do objętości 50 cm³. Do kolby wrzucić kilka kawałków pumeksu i całość umieścić pod chłodnicą powietrzną zwrotną. Pod kolbą umieścić siatkę azbestową o grubości 2 ± 3 mm z wyciętym otworem o średnicy 6 ± 7 cm. Ogrzewanie prowadzi tak, aby wrzenie roztworu uzyskać po 2 min i dalej utrzymywać w stanie wrzenia dokładnie 10 min. Następnie szybko schłodzić kolbę do temperatury pokojowej pod bieżącą wodą. Po 2 min dodać 3 cm³ roztworu jodku potasowego, szybko 20 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu solnego i 10 cm³ roztworu rodanku potasowego. Zamieszać ruchem wirowym do opadnięcia piany. Miareczkować 0,1N tiosiarczanem sodowym wobec skrobi do zaniku barwy niebieskiej. Równolegle przeprowadzić ślepe próbę biorąc zamiast roztworu badanego wodę destylowaną.

2.6. Obliczanie wyników. Obliczyć różnicę pomiędzy ilością cm³ 0,1N tiosiarczanu sodowego zużytego na miareczkowanie ślepej próby a ilością cm³ 0,1N tiosiarczanu sodowego zużytego na miareczkowanie badanej próbki. Odczytać z tablicy odpowiadającą tej różnicy ilość cukru wyrażoną jako cukier inwertowany w mg.

Masa cukru inwertowanego, mg, odpowiadająca ilości cm³ zużytego na miareczkowanie 0,1N tiosiarczanu sodowego

Tiosiarczan sodowy 0,1N	Cukier inwertowany (glukoza, dekstroza)	
	cm ³	mg
1	2,4	2,4
2	4,8	2,4
3	7,2	2,5
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,6
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,7
12	30,3	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,8
15	38,5	2,8
16	41,3	2,9
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	3,0
20	53,0	3,0
21	56,0	3,1
22	59,1	3,1
23	62,2	

a) Zawartość cukrów bezpośrednio redukujących (X) w próbce obliczyć w procentach wagowych lub gramach na 100 cm³ wg wzoru

$$X = \frac{M_1 \cdot 100}{V_1 \cdot M_0} \quad (1)$$

w którym:

M₁ - masa cukru inwertowanego odczytana z tablicy, mg,

V₁ - objętość badanego roztworu użytego do oznaczania, cm³ (10 cm³),

M₀ - ilość badanej próbki zawarta w 1 cm³ badanego roztworu, mg lub 0,001 cm³.

b) Zawartość cukrów po inwersji (Y) w próbce obliczyć w procentach wagowych lub gramach na 100 cm³ wg wzoru

$$Y = \frac{M_2 \cdot 100}{V_2 \cdot M_0} \quad (2)$$

w którym:

M_2 - masa cukru inwertowanego odczytana z tablicy, mg,

V_2 - objętość badanego roztworu użytego do oznaczania, cm³ (10 cm³),

M_0 - ilość badanej próbki zawarta w 1 cm³ badanego roztworu, mg lub 0,001 cm³.

c) Obliczanie zawartości sacharozy. Zawartość sacharozy (S) obliczyć w procentach wagowych lub w gramach na 100 cm³ wg wzoru

$$S = (Y - X) \cdot 0,95 \quad (3)$$

w którym:

Y - zawartość cukrów po inwersji, g,

X - zawartość cukrów redukujących, g.

2.7. Wynik. Za wynik przyjęć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń wykonanych równolegle, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,25% w wartościach bezwzględnych. Wynik podać z dokładnością do dwóch miejsc dziesiętnych.

2.8. Protokół badań powinien podawać zastosowaną metodę i otrzymany wynik, jak również wszystkie szczegóły wykonania oznaczania nie ujęte w normie lub uważane za dowolne oraz wszystkie okoliczności mogące mieć wpływ na wynik.

Protokół badań powinien obejmować wszystkie dane konieczne do pełnej identyfikacji próbki.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Ministerstwo Handlu Zagranicznego i Gospodarki Morskiej, Centralny Inspektorat Standaryzacji.

2. Normy związane

PN-72/A-75050 Przetwory owocowe, warzywne, wina i miody pitne. Pobieranie próbek

PN-71/A-75101 Przetwory owocowe i warzywne. Przygotowanie próbek i metody badań fizyko-chemicznych

3. Dokumenty międzynarodowe i normy zagraniczne

CAC/RS 45/47 1971 Recommended international standards for orange, grapefruit and lemon juices preserved exclusively by physical means

CAC/RS 63/64 1972 Recommended international standards for concentrated apple juice and concentrated orange juice preserved exclusively by physical means

FAO/WHO Codex Alimentarius Commission

IFJU - International Federation of Fruit Juice Producers - Analyses No 4 1968

ISO-ISO/TC-34/SC-3/WG-3/Sec-40/118 E Fruit and vegetable products. Determination of directly reducing and total sugars

4. Autor projektu normy - mgr Hanna Matysiak, Centralny Inspektorat Standaryzacji.