

Põllumajandusministri 28.11.2014 määrus nr 113
„Kondenspiimade ja piimapulbrite koostis- ja kvaliteedinõuded
ning toidualase teabe esitamise nõuded,
kondenspiimadest ja piimapulbriest proovide võtmise
ja proovide analüüsimise meetodid”

Lisa 9

MAGUSTATUD KONDENSPIIMADES SAHHAROOSISISALDUSE MÄÄRAMISE MEETOD (polarimeetriline meetod)

1. Kasutusala

Meetod võimaldab määrata sahharoosisisaldust magustatud kondenspiimas, magustatud vähe-
rasvases kondenspiimas ja magustatud kondenslõssis.

2. Määratlus

Sahharoosisisaldus selle lisa tähenduses on lahuse optilise pöörangu muutus.

3. Põhimõte

Meetod põhineb Clerget' inversiooni põhimõttel: sahhariide sisaldavat proovi töödeldakse ettevaatlikult happega, mille tulemusena hüdrolüüsib sahharoos täielikult, laktoos ja teised suhkrud aga väga vähe. Sahharoosisisaldus leitakse lahuse optilise pöörangu muutusest. Kondenspiimaproov lahjendatakse veega, segule lisatakse ammoniaagilahust, neutraliseeritakse, selitatakse ja seejärel filtreeritakse. Filtraadi optiline pöörang mõõdetakse enne ja pärast sahharoosi inversiooni ning saadud andmeid kasutades arvutatakse proovi sahharoosisisaldus.

4. Reagendid

4.1. 1 M tsinkatsetaadilahus (valmistamine: 21,9 g kristalset tsinkatsetaadihüdraati $Zn(C_2H_3O_3)_2 \times 2H_2O$ lahustatakse 3 ml jää-äädikhappes ning lahus viiakse veega mahuni 100 ml).

4.2. 0,25 M kaaliumheksatsüanoferraat(II)lahus (valmistamine: 10,6 g kristalset kaaliumheksa-tsüanoferraat(II)trihüdraati $K_4[Fe(CN)_6] \times 3H_2O$ lahustatakse vees ning lahus viiakse veega mahuni 100 ml).

4.3. 6,35±0,20 M (20–22%) või 5,0±0,2 M (16–18%) soolhappelahus.

4.4. 2,0±0,2 M (3,5%) ammoniaagilahus.

4.5. 2,0±0,2 M (12%) äädikhappelahus.

4.6. Broomtümoolsinise indikaatorlahus (0,01 g/cm³) etanoolis.

5. Seadmed ja vahendid

5.1. 10 mg tundlikkusega analüütilised kaalud.

5.2. Kalibreeritud polarimeetriküvett pikkusega 2 dm.

5.3. Naatriumlambi või elavhõbelambi roheline valgusega (elavhõbedaurulamp prisma või spetsiaalse *WattenScreen No 77 A*-ga) polarimeeter, mis võimaldab lugemit täpsusega vähemalt 0,05 nurgakraadi, või rahvusvahelise suhkruskaalaga sahharimeeter, mis kasutab kas

15 mm 6% kaaliumdikromaadilahusest filtrit läbivat nähtavat valgust või naatriumlambi valgust ning mida loetakse täpsusega vähemalt 0,1° rahvusvahelisel suhkruskaalal.

5.4. Veevann, mis võimaldab hoida temperatuuri 60±1 °C.

6. Töö käik

6.1. Töö käigu, reaktiivide ja aparatuuri standardiseerimiseks tehakse kahe paralleelkatsega kontrollkatse, kus 40 g 45% suhkrusisaldusega kondenspiima asemel kasutatakse 18 g puhta sahharoosi ja 100 g piima või 110 g rasvata piima segu. Kontrollkatse tehakse alapunktide 6.2–6.8 kohaselt ning suhkrusisaldus arvutatakse punktis 7 toodud valemite järgi. Valemis 1 asendatakse M väärtusega 40,00 ning valemis 2 asendatakse M, F ja P vastavalt katses kasutatud piimakoguse ning selle piima rasva- ja valgusisaldusega. Leitud väärtuste keskmine ei tohi erineda väärtusest 45% rohkem kui 0,2% võrra.

6.2. 100 ml keeduklaasi kaalutakse 10 mg täpsusega ligikaudu 40 g hästi segatud proovi, millele lisatakse 50 ml kuuma vett (80–90 °C) ja segatakse põhjalikult. Segu viiakse kvantitatiivselt 200 ml mõõtekolbi, keeduklaasi loputatakse järjestikuste koguste 60-kraadise veega, mida kogutakse mõõtekolbi, kuni segu kogumaht moodustab 120–150 ml. Segatakse ja lastakse jahtuda toatemperatuurini.

6.3. Mõõtekolbi lisatakse 5 ml ammoniaagilahust, segatakse ja jäetakse 15 minutiks seisma. Pärast seda neutraliseeritakse ammoniaak, lisades asjaomase koguse lahjendatud äädikhappelahust. Täpne vajaminev kogus määratakse eelnevalt ammoniaagilahuse tiitrimisel, kasutades indikaatorina broomtümoolsinist. Kolvi sisu segatakse.

6.4. Mõõtekolbi lisatakse ettevaatlikult, kaldasendis kolbi ringjalt loksutades 12,5 ml tsinkatsetaadilahust ning seejärel 12,5 ml kaaliumheksatsüanoferraat(II)lahust. Seejärel viiakse kolvi sisu temperatuurile 20 °C ja täidetakse 20-kraadise veega mahuni 200 ml. Vee ja reagentide lisamisel ning lahuste segamisel välditakse õhumullide teket, lahuseid segatakse kolbi ringjalt liigutades. Kui enne lahuse mahu viimist 200 ml-ni leitakse õhumulle, võib nende eemaldamiseks kolvi ajutiselt vaakumpumba külge ühendada ja kolbi ringi keerutada.

6.5. Kolb suletakse kuiva korgiga, segatakse tugevalt loksutades läbi, jäetakse mõneks minutiks seisma ning seejärel filtreeritakse läbi kuiva filterpaberi. Esimest 25 ml filtraadist edasisel analüüsil ei kasutata.

6.6. Filtraadi optiline pöörang määratakse temperatuuril 20±1 °C.

6.7. Sahharoosi inverteerimiseks pipeteeritakse 50 ml mõõtekolbi 40 ml filtraati, millele lisatakse 6,0 ml 6,35 M soolhapet või 7,5 ml 5,0 M soolhapet. Kolb asetatakse 15 minutiks 60 °C veevannile nii, et kogu kolvi kumer osa on veepinnast allpool. Esimese 5 minuti jooksul segatakse kolvi sisu ringjate liigutustega, selle aja jooksul peaks kolvi sisu omandama vanni temperatuuri. Seejärel jahutatakse kolvi sisu temperatuurini 20 °C ja viiakse lahuse maht 20-kraadise veega 50 ml-ni. Segatakse ja jäetakse sellele temperatuurile üheks tunniks seisma.

6.8. Optiline pöörang pärast inversiooni määratakse temperatuuril 20±0,2 °C. Temperatuuri kõikumine 1 °C võrra temperatuuril 20 °C mõjutab inverteerimata lahuse mõõtmisel tulemust vähe, kuid invertlahuse mõõtmisel mõjutab tulemust juba 0,2 °C kõikumine ning seetõttu tuleb suurema kui 0,2 °C kõikumise puhul arvutamisel arvestada alapunktis 7.4 toodud temperatuuriparandust.

7. Tulemuste esitamine

7.1. Sahharoosisisaldus arvutatakse järgmiste valemite järgi:

$$(1) S = \frac{D - 1,25I}{Q} \times \frac{V - v}{V} \times \frac{V}{L \times M} \%,$$

$$(2) v = \frac{M}{100} (1,08F + 1,55P),$$

kus S on sahharoosisisaldus protsentides;
 M on proovi mass grammides;
 F on proovi rasvasisaldus protsentides;
 P on proovi valgusisaldus ($N \times 6,38$) protsentides;
 V on ruumala milliliitrites, milleni proov enne filtreerimist lahjendati;
 v on ruumalaparandus milliliitrites selitamise käigus tekkinud sademe arvestamiseks;
 D on polarimeetri näit enne inversiooni;
 I on polarimeetri näit pärast inversiooni;
 L on polarimeetriküveti pikkus deetsimeetrites;
 Q on inversioonifaktor, mille väärtused on toodud alapunktis 7.4.

7.2. Kui kondenspiima kaalutakse täpselt 40,00 g ja polarisatsiooni määramisel kasutatakse naatriumlambi valgust, nurgakraade ja 2 dm polarimeetriküveti temperatuuril 20 ± 1 °C, võib kondenspiima ($C = 9$) sahharoosisisalduse arvutada järgmise valemi järgi:

$$S = (D - 1,25 I) \times (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P)$$

7.3. Kui polarisatsiooni pärast inversiooni mõõdetakse muul temperatuuril kui 20 °C, korrutatakse tulemust temperatuuriparandusega, mis arvutatakse järgmise valemi järgi:

$$(1 + 0,0037(T - 20)),$$

kus T on temperatuur, millel polarisatsiooni mõõdeti.

7.4. Inversioonifaktori Q täpsed väärtused erinevate valgusallikate jaoks koos kontsentratsiooniparandustega arvutatakse järgmiste valemite järgi:

7.4.1. naatriumlambivalguse ja nurgakraadidega polarimeetri kasutamise korral:

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033(T - 20);$$

7.4.2. elavhõbelambi rohelise valguse ja polarimeetri kasutamise korral:

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C - 9) - 0,0039(T - 20);$$

7.4.3. dikromaatfiltrit läbiva valge valguse ja sahharimeetri kasutamise korral:

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C - 9) - 0,0095(T - 20);$$

kus C on lahuse üldsuhkru protsendiline sisaldus eripöörangu järgi pärast inversiooni (üldsuhkru protsendilise sisalduse C lahuses pärast inversiooni võib arvutada otse näidust ja selle muutusest inversioonil, kasutades sahharoosi, laktoosi ja invertisuhkru eripöörangu tavalisi väärtusi. Kontsentratsiooniparandused on õiged juhul, kui C on ligikaudu 9. Kondenspiima puhul, mille C on lähedane 9-le, võib selle paranduse jätta arvestamata);
 T on lahuse temperatuur polarimeetri näidu lugemise ajal pärast inversiooni (temperatuuriparandus on täpne ainult vahemikus 18–22 °C).

7.5. Kahe üheaegse või järjestikuse sama proovi määramise tulemuste erinevus võib olla kuni 0,3 g 100 g proovi kohta samades tingimustes sama analüüsigeija määratuna.