

Bestimmung des Feuchtegehaltes und der Trockensubstanz von Glucosesirup Refraktometer-Verfahren

DIN
10 304
Blatt 3

Determination of moisture content and dry matter content of glucose syrup;
refractive index method

1. Anwendungsbereich

Das Prüfverfahren ist bei Glucosesirup, Trockenglucose-sirup-, Stärkezucker- und Dextrose-Lösungen anwendbar.

2. Kurzbeschreibung

Die Brechungszahl der unverdünnten Probe oder einer Lösung mit bekanntem Probengehalt wird bei einer Temperatur von 20 °C oder 45 °C gemessen.

Die Brechungszahl ist abhängig von Zusammensetzung, Konzentration und Temperatur der Substanz.

Die Trockensubstanz in Gew.-% der zu untersuchenden Lösung wird aus Tabellen entnommen, die die Brechungszahl in Abhängigkeit von den genannten Größen enthalten.

3. Probenahme

Bis zur Vorlage einer in Vorbereitung befindlichen DIN-Norm ist die Probenahme zu vereinbaren.

4. Geräte

4.1. Refraktometer: Das Gerät muß eine direkte Ablesung der Brechungszahlen zwischen 1,3000 und 1,5500 auf 0,0002 Einheiten gestatten. Es soll ein bequemes und schnelles Auftragen der Proben ermöglichen und leicht zu reinigen sein. Die Prismen müssen für Wasserdurchlauf eingerichtet sein und Anschlüsse für ein Wasserbad mit Thermostaten und ein Thermometer mit einem Meßbereich von 10 bis 60 °C aufweisen. Die Bedienungsanleitung für das Refraktometer ist genau zu befolgen. Vor der Messung muß es mit destilliertem Wasser und den mitgelieferten Justierplatten justiert werden.

4.2. Wasserbad mit Temperaturregelung, das mit destilliertem Wasser gefüllt und mit einer Umlaufpumpe sowie Anschlüssen für eine Verbindung mit dem Refraktometer versehen ist. Es muß auf eine Temperatur von (20 ± 0,5) °C oder (45 ± 0,5) °C einstellbar sein.

4.3. Mikropipette oder abgerundeter Glasstab zum Aufbringen der Probe auf das Meßprisma.

4.4. Lichtquelle: Tageslicht oder matte, weiße Glühlampe von 25 bis 50 W so angeordnet, daß das Licht auf das Beleuchtungsprisma fällt.

5. Vorbereitung der Probe

Die Laboratoriumsprobe ist sofort nach der Probenahme in ein nur zu zwei Dritteln zu füllendes luft- und feuchtedicht verschließbares Probengefäß zu verpacken. Vor Entnahme der Analysenprobe wird der Inhalt des luft- und feuchtedicht verschlossenen Probengefäßes gründlich durchgemischt. Der Rest der Laboratoriumsprobe wird im Probengefäß aufbewahrt.

Anmerkung: Bei konzentrierten Sirupen kann entweder der unverdünnte Sirup oder eine Lösung mit bekanntem Sirupgehalt untersucht werden. Bei Stärkezucker und Dextrose werden stets Lösungen bekannten Probengehaltes untersucht.

6. Durchführung

Es sind zwei Bestimmungen durchzuführen.

Das auf die Meßtemperatur von (20 ± 0,5) °C oder (45 ± 0,5) °C eingestellte Wasserbad wird mit dem Refraktometer verbunden. Dann wird die Wasserzirkulation eingeschaltet, um die Prismen auf die Meßtemperatur zu bringen.

Die Analysenprobe wird in einem geschlossenen Gefäß in das Wasserbad gebracht und ebenfalls auf die Meßtemperatur erwärmt.

Verdünnte Sirupe mit etwa 65% Trockensubstanz oder weniger und Dextroselösungen werden mit einer Mikropipette, konzentrierte Sirupe mit einem Glasstab auf das Meßprisma aufgetragen. Das Beleuchtungsprisma wird sofort darüber geklappt. Gewöhnlich genügen 1 bis 3 Tropfen, um den Raum zwischen den Prismen gleichmäßig auszufüllen. Ist der Zwischenraum nicht ausreichend gefüllt, erhöht man an den Grenzlinien nur einen schlechten Einstellkontrast.

Die Brechungszahl wird an dem beleuchteten Gerät auf 0,0002 Einheiten abgelesen.

7. Auswertung

Aus Tabelle 1 (für Glucosesirup und Stärkezuckerlösungen) oder aus Tabelle 2 (für Dextroselösungen) wird der der Brechungszahl entsprechende Wert für den Gehalt an Trockensubstanz in Gew.-% abgelesen. Rechnerisch kann der Gehalt an Trockensubstanz T in Gew.-% aus der folgenden Gleichung ermittelt werden:

$$T = \frac{S}{S_0} \cdot 100$$

Der Feuchtegehalt u in Gew.-% ergibt sich aus folgender Beziehung:

$$u = 100 - T$$

$$\text{oder } u = \frac{S_0 - S}{S_0} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

S Masse der Trockensubstanz in g

S_0 Gesamtmasse in g

Wenn die Differenz der Ergebnisse der beiden Bestimmungen 0,2 Gew.-% Trockensubstanz (entsprechend 0,0005 Einheiten der für die Brechungszahl abgelesenen Werte) nicht überschreitet, wird der Mittelwert gebildet. Wird diese Bedingung nicht erfüllt, sind zwei weitere Bestimmungen durchzuführen.

8. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art der Probe

Art der Probenahme

Mittelwert der Trockensubstanz (oder Feuchte) in Gew.-% auf eine Stelle nach dem Komma gerundet

Prüfdatum.

Anmerkungen Seite 2 bis 7

Fachnormenausschuß Stärke im Deutschen Normenausschuß (DNA)
Fachnormenausschuß Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte im DNA

Anmerkungen

Sofern die Refraktometer- bzw. Meßtemperatur niedriger als die Raumtemperatur ist, können bei erhöhter Luftfeuchte die Prismen beschlagen.

Schwierigkeiten bei der Untersuchung konzentrierter, stark viskoser Sirupe können durch die Wahl einer höheren Meßtemperatur von $(45 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ vermieden werden, weil dadurch die Viskosität herabgesetzt wird.

Um brauchbare Ergebnisse mit erwärmten Proben zu erhalten, muß die Messung schnell durchgeführt werden. Das Übertragen der Proben auf das Prisma darf dabei nicht länger als zwei Sekunden dauern.

Tabelle 1 über die Beziehung zwischen Brechungs- und Trockensubstanz bei Glucosesirup und Stärkezucker wurde

von Cleland, Evans, Fauser und Feizer (Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. **16**, [1944] 161), Tabelle 2 über die Beziehung zwischen Brechungs- und Trockensubstanz bei Dextrose-lösungen wurde von Zerban und Martin (J. Assoc. Official agr. Chemists **27** [1944] 295) aufgestellt.

Tabelle 1 gilt nur für säureverzuckerte Produkte. Bei enzym-konvertierten Produkten können sich Abweichungen ergeben. Bei Glucosesirup und Stärkezucker hängt die Brechungs-zahl noch von verschiedenen Faktoren ab, insbesondere vom Verzuckerungsgrad, DE-Wert und Asche.

Tabelle 1 enthält keine Daten von niedrig verzuckerten Sirupen unter 42 % DE.

Tabelle 1. Trockensubstanz und Brechungsindizes von Glucosesirupen und Stärkezuckerlösungen

Brechungszahl								Trocken- substanz
Meßtemperatur 20 °C				Meßtemperatur 45 °C				
Dextroseäquivalent				Dextroseäquivalent				
42,00	55,00	89,00	90,7	42,00	55,00	89,00	90,7	
Asche in %				Asche in %				%
0,28	0,30	0,61	1,22	0,28	0,30	0,61	1,22	
1,3330	1,3330	1,3330	1,3330	1,3298	1,3298	1,3298	1,3298	0,0
1,3344	1,3344	1,3344	1,3344	1,3312	1,3312	1,3312	1,3312	1,0
1,3359	1,3359	1,3359	1,3359	1,3327	1,3327	1,3326	1,3326	2,0
1,3374	1,3374	1,3373	1,3374	1,3341	1,3341	1,3340	1,3340	3,0
1,3389	1,3389	1,3388	1,3388	1,3356	1,3356	1,3355	1,3355	4,0
1,3404	1,3404	1,3403	1,3403	1,3371	1,3371	1,3369	1,3369	5,0
1,3419	1,3419	1,3418	1,3418	1,3386	1,3386	1,3384	1,3384	6,0
1,3435	1,3435	1,3433	1,3433	1,3401	1,3401	1,3399	1,3399	7,0
1,3450	1,3450	1,3448	1,3448	1,3416	1,3416	1,3414	1,3414	8,0
1,3466	1,3466	1,3463	1,3464	1,3432	1,3431	1,3429	1,3429	9,0
1,3482	1,3482	1,3479	1,3479	1,3447	1,3447	1,3444	1,3444	10,0
1,3498	1,3497	1,3494	1,3495	1,3463	1,3462	1,3459	1,3459	11,0
1,3514	1,3513	1,3510	1,3510	1,3479	1,3478	1,3475	1,3475	12,0
1,3531	1,3530	1,3526	1,3526	1,3495	1,3494	1,3490	1,3490	13,0
1,3547	1,3546	1,3542	1,3542	1,3511	1,3510	1,3506	1,3506	14,0
1,3563	1,3562	1,3558	1,3558	1,3527	1,3526	1,3521	1,3521	15,0
1,3580	1,3579	1,3574	1,3574	1,3544	1,3542	1,3537	1,3537	16,0
1,3597	1,3595	1,3590	1,3590	1,3560	1,3558	1,3553	1,3553	17,0
1,3614	1,3612	1,3606	1,3607	1,3576	1,3575	1,3569	1,3569	18,0
1,3632	1,3629	1,3623	1,3623	1,3593	1,3592	1,3585	1,3585	19,0
1,3649	1,3646	1,3640	1,3640	1,3610	1,3608	1,3602	1,3602	20,0
1,3666	1,3663	1,3656	1,3656	1,3627	1,3625	1,3618	1,3618	21,0
1,3684	1,3681	1,3673	1,3673	1,3645	1,3642	1,3635	1,3635	22,0
1,3701	1,3698	1,3690	1,3690	1,3662	1,3659	1,3652	1,3652	23,0
1,3719	1,3716	1,3707	1,3707	1,3680	1,3677	1,3669	1,3668	24,0
1,3737	1,3733	1,3725	1,3725	1,3698	1,3694	1,3686	1,3685	25,0
1,3755	1,3751	1,3742	1,3742	1,3715	1,3712	1,3703	1,3702	26,0
1,3774	1,3769	1,3759	1,3759	1,3733	1,3729	1,3720	1,3719	27,0
1,3792	1,3788	1,3777	1,3777	1,3751	1,3747	1,3737	1,3737	28,0
1,3811	1,3806	1,3794	1,3794	1,3770	1,3765	1,3754	1,3755	29,0
1,3829	1,3824	1,3812	1,3812	1,3788	1,3783	1,3772	1,3773	30,0
1,3848	1,3843	1,3830	1,3830	1,3806	1,3802	1,3789	1,3790	31,0
1,3867	1,3862	1,3848	1,3848	1,3825	1,3820	1,3807	1,3808	32,0
1,3886	1,3880	1,3866	1,3866	1,3844	1,3839	1,3826	1,3826	33,0
1,3906	1,3899	1,3885	1,3885	1,3863	1,3857	1,3844	1,3844	34,0
1,3925	1,3919	1,3903	1,3903	1,3882	1,3876	1,3862	1,3863	35,0
1,3945	1,3938	1,3922	1,3921	1,3901	1,3895	1,3880	1,3881	36,0
1,3964	1,3957	1,3941	1,3940	1,3921	1,3914	1,3899	1,3899	37,0
1,3984	1,3977	1,3959	1,3959	1,3940	1,3934	1,3917	1,3918	38,0
1,4004	1,3997	1,3978	1,3978	1,3960	1,3953	1,3936	1,3937	39,0

Brechungszahl								Trocken- substanz
Meßtemperatur 20 °C				Meßtemperatur 45 °C				
Dextroseäquivalent				Dextroseäquivalent				
42,00	55,00	89,00	90,7	42,00	55,00	89,00	90,7	
Asche in %				Asche in %				%
0,28	0,30	0,61	1,22	0,28	0,30	0,61	1,22	
1,4024	1,4016	1,3997	1,3997	1,3980	1,3973	1,3955	1,3955	40,0
1,4044	1,4036	1,4016	1,4016	1,4000	1,3993	1,3974	1,3974	41,0
1,4065	1,4057	1,4036	1,4035	1,4020	1,4012	1,3993	1,3993	42,0
1,4086	1,4077	1,4055	1,4055	1,4041	1,4032	1,4012	1,4011	43,0
1,4107	1,4097	1,4074	1,4074	1,4061	1,4053	1,4031	1,4032	44,0
1,4128	1,4118	1,4094	1,4094	1,4082	1,4073	1,4051	1,4051	45,0
1,4149	1,4139	1,4114	1,4113	1,4103	1,4093	1,4071	1,4071	46,0
1,4170	1,4160	1,4134	1,4133	1,4124	1,4114	1,4090	1,4091	47,0
1,4192	1,4181	1,4154	1,4154	1,4145	1,4135	1,4110	1,4111	48,0
1,4213	1,4202	1,4174	1,4174	1,4167	1,4156	1,4131	1,4131	49,0
1,4235	1,4224	1,4195	1,4195	1,4189	1,4177	1,4151	1,4151	50,0
1,4257	1,4245	1,4215	1,4215	1,4210	1,4199	1,4171	1,4171	51,0
1,4279	1,4267	1,4236	1,4235	1,4232	1,4220	1,4192	1,4192	52,0
1,4301	1,4288	1,4256	1,4256	1,4254	1,4242	1,4212	1,4212	53,0
1,4324	1,4310	1,4278	1,4277	1,4276	1,4264	1,4233	1,4233	54,0
1,4346	1,4333	1,4299	1,4298	1,4298	1,4286	1,4254	1,4254	55,0
1,4369	1,4355	1,4320	1,4320	1,4321	1,4308	1,4275	1,4275	56,0
1,4392	1,4378	1,4341	1,4341	1,4344	1,4331	1,4296	1,4296	57,0
1,4415	1,4400	1,4363	1,4362	1,4367	1,4354	1,4318	1,4317	58,0
1,4438	1,4423	1,4384	1,4384	1,4390	1,4376	1,4339	1,4339	59,0
1,4462	1,4446	1,4406	1,4406	1,4413	1,4399	1,4361	1,4361	60,0
1,4486	1,4469	1,4428	1,4428	1,4437	1,4422	1,4383	1,4383	61,0
1,4510	1,4493	1,4450	1,4450	1,4461	1,4446	1,4405	1,4405	62,0
1,4534	1,4516	1,4473	1,4473	1,4485	1,4469	1,4427	1,4427	63,0
1,4558	1,4540	1,4495	1,4495	1,4509	1,4493	1,4449	1,4450	64,0
1,4582	1,4564	1,4518	1,4518	1,4534	1,4517	1,4471	1,4472	65,0
1,4607	1,4588	1,4540	1,4540	1,4558	1,4541	1,4494	1,4495	66,0
1,4631	1,4612	1,4563	1,4563	1,4583	1,4565	1,4517	1,4518	67,0
1,4656	1,4637	1,4587	1,4587	1,4608	1,4589	1,4540	1,4541	68,0
1,4681	1,4662	1,4610	1,4610	1,4633	1,4614	1,4563	1,4564	69,0
1,4707	1,4687	1,4633	1,4633	1,4658	1,4639	1,4587	1,4587	70,0
1,4710	1,4689	1,4635	1,4635	1,4660	1,4641	1,4589	1,4589	70,1
1,4712	1,4692	1,4638	1,4638	1,4663	1,4644	1,4592	1,4592	70,2
1,4715	1,4694	1,4640	1,4640	1,4665	1,4646	1,4594	1,4594	70,3
1,4717	1,4697	1,4643	1,4643	1,4668	1,4649	1,4596	1,4596	70,4
1,4720	1,4699	1,4645	1,4645	1,4670	1,4651	1,4598	1,4598	70,5
1,4723	1,4702	1,4647	1,4647	1,4673	1,4653	1,4601	1,4601	70,6
1,4725	1,4704	1,4650	1,4650	1,4675	1,4656	1,4603	1,4603	70,7
1,4728	1,4707	1,4652	1,4652	1,4678	1,4658	1,4605	1,4605	70,8
1,4730	1,4709	1,4655	1,4655	1,4680	1,4661	1,4608	1,4608	70,9
1,4733	1,4712	1,4657	1,4657	1,4683	1,4663	1,4610	1,4610	71,0
1,4736	1,4714	1,4659	1,4659	1,4686	1,4665	1,4612	1,4612	71,1
1,4738	1,4717	1,4662	1,4662	1,4688	1,4668	1,4615	1,4615	71,2
1,4741	1,4719	1,4664	1,4664	1,4691	1,4670	1,4617	1,4617	71,3
1,4743	1,4722	1,4667	1,4667	1,4693	1,4673	1,4620	1,4619	71,4
1,4746	1,4724	1,4669	1,4669	1,4696	1,4675	1,4622	1,4621	71,5
1,4749	1,4727	1,4671	1,4671	1,4699	1,4678	1,4624	1,4624	71,6
1,4751	1,4729	1,4674	1,4674	1,4701	1,4680	1,4627	1,4626	71,7
1,4754	1,4732	1,4676	1,4676	1,4704	1,4683	1,4629	1,4628	71,8
1,4756	1,4734	1,4679	1,4679	1,4706	1,4685	1,4632	1,4631	71,9
1,4759	1,4737	1,4681	1,4681	1,4709	1,4688	1,4634	1,4633	72,0
1,4762	1,4739	1,4683	1,4683	1,4712	1,4691	1,4636	1,4635	72,1
1,4764	1,4742	1,4686	1,4686	1,4714	1,4693	1,4639	1,4638	72,2
1,4767	1,4744	1,4688	1,4688	1,4717	1,4696	1,4641	1,4640	72,3
1,4769	1,4747	1,4691	1,4691	1,4719	1,4698	1,4643	1,4643	72,4
1,4772	1,4749	1,4693	1,4693	1,4722	1,4701	1,4645	1,4645	72,5
1,4775	1,4752	1,4695	1,4695	1,4725	1,4704	1,4648	1,4647	72,6
1,4777	1,4754	1,4698	1,4698	1,4727	1,4706	1,4650	1,4650	72,7
1,4780	1,4757	1,4700	1,4700	1,4730	1,4709	1,4652	1,4652	72,8
1,4782	1,4759	1,4703	1,4703	1,4732	1,4711	1,4655	1,4655	72,9