

ICUMSA METODY LABORATORNÍ KONTROLY CUKROVARNICKÉ VÝROBY

Metóda GS2-11 (1994)

Stanovenie vizuálneho vzhľadu bieleho cukru pomocou braunschweigských štandardov farebného typu

oficiálna metóda

1 Rozsah

Touto metódou sa stanovuje vizuálny stupeň bielych cukrov v porovnaní s braunschweigskými štandardmi farebného typu (1).

2 Oblasť použitia

Táto metóda, ktorá môže byť súčasťou analýzy kvality bieleho cukru, sa dá použiť iba na biele kryštalické cukry (2). Cukry s extrémnym rozdelením zrnitosti, zvlášť práškové a jemné cukry ako aj cukry s poškodeným zrnom, nie sú vhodné pre toto stanovenie farebného typu.

3 Definície pojmov

Braunschweigské štandardy farebného typu predstavujú stupnicu 7 štandardov cukru rôznej farby, ktoré sa používajú na vizuálne hodnotenie bielych cukrov (3).

4 Princíp metódy

Cukor sa vizuálne porovnáva so štandardnými farebnými typmi, ktoré sú očíslované od 0 do 6 a ktoré sú pripravené z bieleho cukru vysokej kvality s pevnou veľkosťou častíc umelo zafarbených presne definovaným postupom (3–6).

5 Materiál

Braunschweigské farebné typy. Dajú sa zakúpiť v Ústave technológie sacharidov pri Technickej univerzite v Braunschweigu, P. O. Box 4636, D-38036 Braunschweig, Nemecko. Ich použitie sa odporúča pri povinných analýzach cukru. Alternatívne sa môžu pripraviť aj nasledujúcim spôsobom – farebná zmes:

- 40 dielov francúzskej okrovej 8109 (žltá),
- 1 diel okrovej 8113 (červeno-hnedá),
- 6 dielov cyperskej hnedej (tmavohnedá),

Zloženie tejto farebnej zmesi treba brať ako príklad. Dajú sa použiť aj iné zmesi za predpokladu, že spĺňajú podmienky uvedené v tab. I.

Zložky farebnej zmesi nechajte zmiešavať 8 až 10 hodín v miešacom bubne – farby nedrhte tlčikom. Použitý cukor by mal byť čo najmenej zafarbený a mal by mať nízku odraznosť (nízky lesk). Veľkosť častíc cukru by sa mala pohybovať medzi 0,5 a 1 mm. Odvážené množstvo farbiva (viď ďalej) dôkladne premiešajte so 750 g nasýteného roztoku cukru pri izbovej teplote (67% sušiny stanovenej refraktometricky).

Aby sa zmes dôkladne premiešala, je najprv potrebné premiešať farbivo s malým množstvom roztoku, potom pridať zvyšný roztok a pokračovať v miešaní, kým sa farbivo v roztoku rovnomerne nerozptýli. K roztoku pridajte 750 g suchého cukru a roztok miešajte 6 minút. Dávajte pozor, aby nedošlo k poškodeniu kryštálov v dôsledku oterov o steny alebo dno nádoby. Zmes nakoniec odstredíte pri 3 000 ot/min. v malej centrifúge s polomerom 120 mm. Pokračujte v ručnom miešaní vlhkého cukru na vzduchu, kým stratí lepkavosť, a potom ho rozotrite na papier, na ktorom ho nechajte cez noc vysušiť. Sirup z odstreďovania zozbierajte a ešte raz použite na zafarbenie ďalšieho 750 g podielu cukru. Potom tekutinu vylejte. Množstvo použitého farbiva závisí od podmienok, za ktorých bolo pripravené, ako aj od rozmerov centrifúgy. Braunschweigský ústav sacharidov dosahuje takmer vždy správne zafarbenie, ak množstvo farbiva m (mg) rastie kvadraticky s číslom farebného typu n podľa nasledujúcej rovnice:

$$m = 20n^2 + 30n$$

Ak sa reflexný pomer odlišuje od tabuľkovej hodnoty o viac ako $\pm 0,005$, je potrebné vykonať záverečnú úpravu farby pripraveného farebného typu tak, že sa daný farebný typ zmieša s primeraným množstvom najbližšieho vyššieho, resp. nižšieho farebného typu.

Kontrola pripravených farebných typov sa robí na reflexnom fotometri podľa metódy GS2-13. Prevažujúca vlnová dĺžka zafarbených cukrov je 576 ± 2 nm, kontroluje sa pomocou cukrov s farebnou sýtosťou minimálne 0,1. Reflexné pomery jednotlivých farebných typov sú uvedené v tab. I.

Tab. I. Reflexné pomery rôznych braunschweigských farebných typov

farebný typ	R(426)/R(620) absolútna hodnota oficiálna metóda, 1982	R(495)/R(620) absolútna hodnota dočasná metóda, 1986
0	0,952	0,985
1	0,915	0,961
2	0,878	0,937
3	0,842	0,913
4	0,805	0,889
5	0,768	0,865
6	0,731	0,841

Závislost činiteľov odrazu od vlnovej dĺžky vo viditeľnej časti spektra by mala byť hladká krivka bez maxím a miním tak, ako je to v prípade bielych cukrov (5).

POZNÁMKA – Po troch rokoch skladovania farebných štandardov v uzatvorených nádobách chránených pred svetlom by nemalo dôjsť k výrazným zmenám sýtosti ani prevažujúcej vlnovej dĺžky.

6 Prístrojové vybavenie

6.1 Nádobý na vzorky (5). Bezfarebné alebo biele štvorcové krabičky z plastu alebo kartónu s rozmermi podstavy 60 × 60 mm a výškou 28 mm.

6.2 Pozorovacia skrinka. V skrinke s rozmermi 20 × 120 × 50 cm (hĺbka × šírka × výška) vpredu otvorenej je namontovaná fluorescenčná trubica s denných svetlom tak, aby zvislá vzdialenosť medzi lampou a vzorkami bola približne 35 cm. Oči pozorovateľa sú chránené pred priamym denným svetlom lampy pásom so šírkou 15 cm, ktorý sa nachádza v hornej časti skrinky. Svetelný zdroj by mal mať korelovanú teplotu farby 5 000 K, ktorá približne zodpovedá hodnote CIE iluminant B (4 800 K). Odporúčané sú lampy Philips TL20W/47. (5)

POZNÁMKA – Do roku 1982 ICUMSA odporúčala svetelný zdroj s korelovanou teplotou farby 6 500 K, zodpovedajúcej približne hodnote CIE iluminant C (6 750 K). Odporúčané lampy boli Osram HNT 120 a Philips TL25W/55. Zmena svetelného zdroja vychádza z práce C. CORNETA (7), P. DEVILLERSA ET AL. (8) a medzilaboratórneho testu, ktorý vykonal A. EMMERICH (9). Keďže medzi výsledkami získanými na základe rôznych svetelných zdrojov neboli žiadne výrazné rozdiely a kvôli skutočnosti, že odporúčané lampy už neboli komerčne dostupné, sa ICUMSA v roku 1982 rozhodla odporúčanie zmeniť.

Pozadie pozorovacej skrinky by malo byť biele alebo neutrálne šedé, dno biele. Skrinka sa musí umiestniť tak, aby lampa bola na úrovni očí a na vzorky nedopadalo priame denné svetlo ani iné umelé osvetlenie.

7 Vzorky

Testovanú vzorku bieleho cukru dôkladne premiešajte, aby ste dosiahli homogénne rozdelenie veľkosti častíc. Pri miešaní treba zabrániť oterom kryštáľov cukru.

8 Postup

Časti vzoriek preneste do nádob na vzorky (viď 6.1) tak, aby boli nádoby plné až po vrch. Povrch vyhladte sklenenou tyčinkou. Vzorku približne porovnajte s farebnými typmi tak, že ju umiestnite medzi krabičky so štandardmi.

Vykonajte presné porovnanie tak, že vzorku budete striedavo dávať na pravú a ľavú stranu od štandardu a budete odhadovať jej hodnotu medzi dvomi za sebou idúcimi farebnými typmi. Medzi krabičkami nenechávajte voľný priestor.

Pri vzorkách, pri ktorých sa veľkosť častíc a lesk kryštáľov líšia od štandardnej série, dávajte pozor, či pozorujete farbu, alebo len odraz (lesk) kryštáľov.

9 Vyjadrenie výsledkov

9.1 Výpočet. Priemerný odhad troch nezávislých pozorovateľov (s presnosťou na 0,1 jednotky) sa zaznamená ako farebný typ:

$$\text{farebný typ } n = \frac{n_1 + n_2 + n_3}{3}$$

9.2 Presnosť (10). Bolo dokázané, že metóda má štandardnú odchýlku opakovateľnosti 0,109 a štandardnú odchýlku reprodukovateľnosti 0,183.

10 Literatúra

1. *Správa z 20. zasadania ICUMSA.* 1990, s. 49.
2. SCHNEIDER F. (ed.): *Sugar Analysis: ICUMSA Methods.* 1979, s. 129–131.
3. *Správa z 15. zasadania ICUMSA.* 1970, s. 274–283.
4. SCHNEIDER F., EMMERICH A., DUBOURG J.: *Zucker*, 18, 1965, s. 571–574.
5. *Správa z 18. zasadania ICUMSA.* 1982, s. 375.
6. *Správa z 19. zasadania ICUMSA.* 1986, s. 410–411.
7. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA.* 1974, s. 304–326.
8. DEVILLERS P., DETAVERNIER R., ROGER J.: *Sucr. Franc.*, 117, 1976, s. 227–228.
9. *Správa zo 17. zasadania ICUMSA.* 1978, s. 350–353.
10. *Správa z 18. zasadania ICUMSA.* 1982, s. 372–373.