

Metóda GS2-13 (1998)

Inštrumentálne stanovenie odrazu bieleho cukru

oficiálna metóda*

1 Rozsah

Touto metódou sa stanovuje fotometrický stupeň bieleho cukru v porovnaní s braunschweigskými farebnými štandardmi meraním činiteľa odrazu pri dvoch rôznych vlnových dĺžkach (1, 2, 3, 4, 5).

2 Oblasť použitia

Táto metóda, ktorá môže tvoriť súčasť stanovenia kvality bieleho cukru, sa dá použiť iba pre kryštalické biele cukry, ktoré nie sú príliš jemné ani hrubozrnné (5).

POZNÁMKA – Na meranie odrazu bledých cukrov bola odporúčaná na medzinárodné overenie metóda „Imperial Sugar“.

3 Definície pojmov

3.1 Činiteľ odrazu. Činiteľ odrazu (R) pre danú vlnovú dĺžku je definovaný ako pomer spektrálneho žiarivého toku odrazeného od vzorky k spektrálnemu žiarivému toku odrazenému od absolútne bieleho štandardu:

$$R(\lambda) = \frac{\Phi_{\lambda, \text{ref}, v}}{\Phi_{\lambda, \text{ref}, s}} \quad (1)$$

kde: $R(\lambda)$ – činiteľ odrazu pri vlnovej dĺžke λ ,
 λ – vlnová dĺžka v nm,
 Φ – žiarivý tok,
 ref – odrazený,
 v – vzorka,
 s – biely štandard.

3.2 Reflexný pomer. Reflexný pomer r je definovaný ako pomer činiteľov odrazu pri dvoch zvolených vlnových dĺžkach:

$$r = \frac{R(\lambda_1)}{R(\lambda_2)} \quad (2)$$

kde: r – reflexný pomer,
 $R(\lambda_1)$ – činiteľ odrazu pri vlnovej dĺžke λ_1 ,
 $R(\lambda_2)$ – činiteľ odrazu pri vlnovej dĺžke λ_2 .

4 Princíp metódy

Činiteľ odrazu cukru sa zmeria pri dvoch štandardných vlnových dĺžkach. Reflexný pomer možno korelovať s vizuálnym stupňom podľa braunschweigskeho farebného typu podľa metódy GS2-11. Od roku 1970 sa v rámci pokusnej metódy (1, 2) používa pomer R(426)/R(620), ktorý bol v roku 1982 (3) zahrnutý do oficiálnej metódy vizuálneho hodnotenia bieleho cukru

(viď metóda GS2-11). V roku 1986 sa ako dočasná metóda prijal pomer vlnových dĺžok R(495)/R(620) (7). V predkladanom postupe sa uprednostnil práve tento naposledy uvádzaný pomer, nakoľko výrobcovia cukorných reflexných fotometrov už naň upravili svoje prístroje.

V tab. I. sú uvedené nominálne hodnoty dvoch pomerov činiteľov odrazu sady braunschweigskejších štandardov pre farebný typ (7, 8, 9).

POZNÁMKA – Keďže na meranie odrazu má značný vplyv usporiadanie prístroja, je v prípade použitia nešpecializovaných reflexných fotometrov potrebné porovnať platnosť hodnôt uvedených v tab. I. použitím braunschweigskejších farebných štandardov. Hodnoty uvedené v tab. I. sa získali pomocou prístroja Elrepbo (Carl Zeiss, PO Box 1380, D-73444, Oberkochen, Nemecko), ako absolútny biely štandard sa použili disky zo síranu bárnateho.

5 Materiál

5.1 Braunschweigske farebné štandardy. Možno ich obstaráť z Ústavu technológie sacharidov pri Technickej univerzite Braunschweig, P.O.Box 4636, D-38036, Braunschweig, Nemecko. Dajú sa tiež pripraviť podľa postupu uvedeného v metóde GS2-11.

5.2 Síran bárnatý ako biely štandard DIN 5033. Možno ho zakúpiť vo firme E. Merck, PO Box, 4119, D-64271 Darmstadt, Nemecko (objednávacie číslo 1748).

6 Prístrojové vybavenie

Reflexný fotometer. Prístroj by mal spĺňať tieto základné kritériá:

- difúzne osvetlenia vzorky prostredníctvom integračnej gule,
- meranie odrazu vzhľadom na absolútny biely štandard (BaSO_4) pri štandardných vlnových dĺžkach odporúčaných ICUMSA v rámci dočasnej metódy (495 a 620 nm),
- priame meranie na povrchoch vzoriek cukru nezakrytých sklom.

POZNÁMKA – Existujú niektoré špecializované typy cukorných reflexných fotometrov, ktoré automaticky vykonajú meranie odrazu pri odporúčanej dvojici vlnových dĺžok. Prislúchajúci farebný typ možno odčítať priamo z prístroja. Tieto prístroje sa kalibrujú pomocou dvojice braunschweigskejších štandardov farebného typu, zvyčajne 0 a 6.

7 Vzorky

Dôkladne premiešajte laboratórne vzorky bieleho cukru reprezentujúce testované vzorky, aby sa dosiahlo homogénne rozdelenie veľkostí častíc. Pri miešaní dávajte pozor, aby nedošlo k ošúchaniu kryštálov cukru.

* Predmet ratifikácie na 22. zasadnutí v roku 1998.

8 Postup

Pri kalibrácii prístroja postupujte podľa návodu výrobcu. Cukorné reflexometre sa kalibrujú prostredníctvom braunschweigských štandardov farebného typu (viď časť č. 6).

Skúšobné množstvá vzoriek nasypete do nádobiek na vzorky dodávaných výrobcom meracieho prístroja tak, aby boli úplne plné a zarovnané do výšky okraja nádoby. Toto môžete urobiť pomocou sklenej/plastovej tyčinky. Žiadny viditeľný rozdiel vo farbe na povrchu vzorky nesmie byť badateľný. Vložte nádobku so vzorkou do prístroja a odčítajte hodnotu. Postupne otáčajte nádobku so vzorkou o 360°, pričom pri otočení o každých 90° zaznamenajte meranú hodnotu. Ubezpečte sa, že rozdiel v meraných hodnotách počas tejto operácie nie je vyšší ako 0,1 jednotky. V prípade, že je vyšší, vyberte nádobku a znovu zarovnajete povrch. Odčítajte činiteľ odrazu pri dvoch zvolených vlnových dĺžkach (495 nm a 620 nm) z displeja alebo stupnice prístroja. Pri stanovení činiteľov odrazu dvoch braunschweigských štandardov farebného typu (obvykle 0 a 6) postupujte obdobne. U cukorných reflexometrov priamo odčítajte príslušný farebný typ. **POZNÁMKA - Prístroj chráňte pred prachom.**

9 Vyjadrenie výsledkov

9.1 Spôsob výpočtu. Ak sa používajú cukorné reflexometre, obvykle nie sú potrebné žiadne výpočty. Ak sa používajú iné prístroje, pomer činiteľov odrazu $R(495)/R(620)$ možno vypočítať na základe rovnice č. 2. Po stanovení reflexného pomeru vzorky r_v , farebného štandardu 0 r_0 a farebného štandardu 6 r_6 sa na základe nasledujúcej rovnice vypočíta farebný typ vzorky n_s :

$$n_s = 6 \frac{r_v - r_0}{r_6 - r_0} \quad (3)$$

POZNÁMKA – Jedine v prípade, ak nie sú k dispozícii žiadne farebné štandardy Braunschweigského farebného typu, možno zodpovedajúci farebný typ n_s približne určiť na základe nasledujúcej rovnice, ktorá je odvodená z údajov v tab. I.:

$$\text{farebný typ } n_s = -41,67 \cdot R(495)/R(620) + 41,04 \quad (4)$$

Ak sa používa reflexometer pracujúci s pomerom vlnových dĺžok $R(426)/R(620)$, je vzorec na výpočet n na základe bodnôt z tab. I. nasledovný:

$$\text{farebný typ } n_s = -27,18 \cdot R(426)/R(620) + 25,88 \quad (5)$$

9.2 Presnosť merania (10). Pre cukry s farebným typom do 4,85 jednotky, by absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami, získanými za podmienok opakovateľnosti, nemal byť väčší ako 0,14 jednotky farebného typu. Pre cukry s farebným typom do 4,85 jednotky, by absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami, získanými za podmienok reprodukovateľnosti, nemal byť väčší ako 0,55 jednotky farebného typu.

10 Literatúra

1. *Správa z 15. zasadania ICUMSA*. 1970, s. 271–283.
2. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA*. 1974, s. 325, 326.
3. *Správa z 18. zasadania ICUMSA*. 1982, s. 369, 377.
4. *Správa z 19. zasadania ICUMSA*. 1986, s. 391–398, 400–409.
5. SCHNEIDER F. (ED.): *Sugar Analysis: ICUMSA Methods*. 1979, s. 129–131.

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

6. *Správa z 19. zasadania ICUMSA*. 1986, s. 398, 409, 410.
7. *Správa z 19. zasadania ICUMSA*. 1986, s. 410, 411, 414.
8. *Správa z 15. zasadania ICUMSA*. 1970, s. 274, 275.
9. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA*. 1974, s. 305.
10. PARKIN G.: *Referee's Report*. General Subject 2, ICUMSA, 1998.

Preložila Alžbeta Korčeková

ROZHLEDY

Schopf N., Lorenz M., Heeger E., Schröder H.
Spalování hnědouhelného prachu a termické zpracování odparů ze saturace (Braunkohlenstaub. Feuerung mit thermischer Behandlung von Carbonatationsgasen)

Odpar ze saturace do ovzduší smí obsahovat podle směrnice maximálně 30 mg/m³ amoniaku a 200 mg/m³ NO_x. Ke snížení množství těchto látek bylo využito selektivní katalytické redukce mezi kyslíčnky dusíku a amoniakem na dusík a vodu, která probíhá při teplotě mezi 900 a 1 100 °C. K tomuto účelu bylo instalováno zvláštní spalování prachového hnědého uhlí, směšovací komora na spaliny + odpar ze saturace a taktó vzniklé zplodiny se využívaly jako topné medium k sušení vysušených řízků. Při optimální teplotě 1 050 až 1 100 °C bylo běžně v odparu ze saturace dosahováno hodnot nižších, než požaduje směrnice ~ pod 10 mg/m³ NH₃ a 150 mg/m³ NO_x.

Zuckerind., 133, 2008, č. 1, s. 13–18.

Číž

Grbič J., Mučibabič R. J.
Růst krystalů sacharosy v čistých roztocích a za přítomnosti octanu vápenatého (Sucrose crystal growth rate in pure solutions and in the presence of calcium acetate)

Kyselina octová vzniklá při extrakci sice přechází během epurace na octan vápenatý, ale ten se při tomto procesu neodstraní a ovlivňuje průběh krystalizace. V laboratorních podmínkách byla studována rychlost růstu, hmotnost, velikost a rozdělení velikosti krystalů po ochlazení očkovaného roztoku z 50 na 35 °C za přítomnosti různých dávek octanu vápenatého. Minimální ovlivnění průběhu krystalizace bylo při obsahu 0,31 %, přítomnost vyšších i nižších množství octanu vápenatého v roztoku se projevila mírně negativně.

Int. Sugar J., 110, 2008, č. 1310, s. 112–115.

Číž