

## ICUMSA METÓDY LABORATÓRNEJ KONTROLY CUKROVÁRNICKEJ VÝROBY

## Metóda GS4/7-11 (1994)

**Stanovenie sušiny a vlhkosti v melasách  
sušením vo vákuovej sušiarňi na piesku**

## oficiálna metóda

**1 Rozsah a oblasť použitia (1)**

Metóda sa používa v obchodovaní na určenie obsahu sušiny alebo obsahu vlhkosti (voda) vo vzorkách melasy (Všeobecná trieda 4). Používa sa tiež v procese spracovania cukrovej trstiny na určenie tých istých parametrov v trstinových sirupoch a melasách (Všeobecná trieda 7).

**2 Definície**

**2.1 Vlhkosť.** Pretože voda predstavuje primárnu prchavú kva-palinu v trstinovej aj repnej melase ako aj v ostatných medzi-produktoch, reviduje sa tu stanovisko vyjadrené v minulosti (2), že je chybou hmotnosti stratenú sušením nazývať ako „vlhkosť“ alebo „voda“.

Bolo preukázané, že voda stanovená metódou Karla Fischera vo vzorkách melasy prevyšuje stratu hmotnosti stanovenú touto metódou do 1 % na melasu (3).

Teda sa považuje za rozumné definovať hmotnosti stratenú sušením touto metódou ako „vlhkosť“ alebo „voda“.

**2.2 Sušina.** Keďže neexistuje žiadna metóda na stanovenie „skutočnej sušiny“ v melasách, považuje sa naopak za rozumné definovať zostatok hmoty po sušení touto metódou ako „sušinu“.

**3 Princíp metódy**

Strata hmotnosti melasy zmiešanej s pieskom sa určuje po sušení vo vákuovej sušiarňi pri 65 °C. Za týchto podmienok sa môže maximálna plocha povrchu melasy odparovať a degradačné reakcie sú minimalizované.

**4 Chemikálie a materiál**

**4.1 Piesok** – veľkosť častíc medzi 425 a 250  $\mu\text{m}$ . Piesok sa umyje, vyžíha pri 550 °C a skladuje v uzavretej fľaši.

**5 Prístrojové vybavenie**

**5.1 Vákuová sušiareň** – riadená termostatom.

*POZNÁMKA* – Vzduch do vákuovej sušiarne by mal byť sušený prechádzaním cez sušiacu vežu obsahujúcu vhodné sušidlo, napr. oxid fosforečný alebo silikagél. Na určenie objemu vzduchu do sušiarne je výhodné pred sušiacu vežu inštalovať prietokomer.

**5.2 Analytická váha** – s rozlíšením 0,1 mg.

**5.3 Misky** – hliníkové, najlepšie s vrchnákom (približne priemer 60 mm  $\times$  hĺbka 25 mm).

**5.4 Miešacie tyčinky pre kadičky** – so sploštenými koncami.

**5.5 Kadičky** – 60 ml.

**5.6 Exsikátor** – obsahujúci samoindikujúce sušidlo.

**6 Postup**

**6.1 Príprava roztoku melasy.** Odvážte kadičku a miešaciu tyčinku, hmotnosť =  $m_0$ . Preneste približne 20 g melasy do kadičky a odvážte, hmotnosť =  $m_1$ . Do kadičky odpipetujte 10 ml vody a dôkladne zhomogenizujte. Možno bude potrebné zahriať zmes melasy na 50 °C na zlepšenie premiešania. Po ochladení znovu odvážte kadičku obsahujúcu roztok melasy a miešaciu tyčinku, hmotnosť =  $m_2$ .

**6.2 Príprava misky s pieskom.** Umiestnite 30–35g pripraveného piesku do hliníkovej misky spolu s malou miešacou tyčinkou.

Zakryte misku vrchnákom a sušte vo vákuovej sušiarňi 2 hod. pri 65 °C. Po sušení nechajte misku s obsahom vychladnúť na teplotu okolia. Odvážte, hmotnosť =  $m_6$ .

**6.3 Príprava zmesi piesok-melasa.** Premiešajte roztok melasy (6.1), aby sa zamiešali všetky suspendované nerozpustené látky. Preneste 2 g roztoku do misky obsahujúcej piesok a miešaciu tyčinku. Znovu odvážte, hmotnosť =  $m_7$ .

Bez strát dobre premiešajte roztok melasy a piesok. Umiestnite misku s obsahom na horúci povrch (75 °C) a občas pomiešajte, až sa väčšina vody odstráni. Dostatočné sušenie za týchto podmienok sa prejaví tak, že zmes stuhne. 1 hod. je zvyčajne primeraná.

**6.4 Sušenie vo vákuovej sušiarňi.** Položte misku so zmesou piesok-melasa (6.3) znovu na jej vrchnák a vložte do vákuovej sušiarne na konečné sušenie. Prevádzkujte sušiareň pri teplote 65 °C a absolútnom tlaku nepresahujúcom 6,7 kPa. Po sušení po dobu 18 hod. zakryte misku vrchnákom a preneste do exsikátora, aby sa ochladila.

Odvážte misku s obsahom a znovu sušte ďalšie 2 hod. za rovnakých podmienok, ako je popísané vyššie. Znovu odvážte, hmotnosť =  $m_8$ . Táto hmotnosť by sa nemala líšiť od predchádzajúcej o viac ako 2 mg.

*POZNÁMKA* – 18 hod. zvyčajne stačí na dosiahnutie tejto zhody v hmotnostiach. Sušený piesok absorbuje vzdušnú vlhkosť veľmi rýchlo a sušená zmes piesok/melasa ešte viac. Preto je nevyhnutné vystavovať misky obsahujúce tieto materiály atmosfére čo najkratšie a vykonať váženie čo najrýchlejšie.

### 7 Vyjadrenie výsledkov

#### 7.1 Výpočet. Ak:

$m_0$  = hmotnosť kadičky a tyčinky,

$m_1$  = hmotnosť kadičky, tyčinky a melasy

$m_2$  = hmotnosť kadičky, tyčinky, melasy a vody,

$m_3 = (m_1 - m_0)$  = hmotnosť melasy,

$m_4 = (m_2 - m_1)$  = hmotnosť vody,

$m_5 = (m_2 - m_0)$  = hmotnosť roztoku melasy,

$m_6$  = hmotnosť misky, vrchnáku, piesku a tyčinky,

$m_7$  = hmotnosť misky, vrchnáku, piesku, tyčinky a roztoku melasy,

$m_8$  = hmotnosť misky, vrchnáku, piesku, tyčinky a roztoku melasy  
po sušení,

$m_9 = (m_7 - m_6)$  = hmotnosť roztoku melasy na sušenie,

$m_{10} = (m_7 - m_8)$  = strata hmotnosti pri sušení,

$m_{11} = (m_8 - m_6)$  = hmotnosť zostatkovej pevnej melasy,

hodnoty obsahu sušiny (% m.m<sup>-1</sup>) a obsahu vlhkosti (%) v melase  
je možné vypočítať podľa nasledovných vzorcov:

- obsah sušiny v pôvodnej melase (% m.m<sup>-1</sup>):

$$\frac{m_{11} \times m_5 \times 100}{m_9 \times m_3}$$

- obsah vlhkosti v pôvodnej melase (%):

$$100 \left( 1 - \frac{m_{11} \times m_5}{m_9 \times m_3} \right)$$

*POZNÁMKA – Všetky vzorky je potrebné analyzovať dvojmo. Výsledok sa udáva ako priemer z dvoch paralelných stanovení.*

**7.2 Presnosť** (4). Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti nemá byť väčší, ako 0,84 % obsahu sušiny.

Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti nemá byť väčší, ako 2,77 % obsahu sušiny.

### 8 Literatúra

1. *Správa zo 17. zasadania ICUMSA*. 1978, s. 183–184.
2. SCHNEIDER F. (ed.): *Sugar Analysis: ICUMSA Methods*. 1979, s. 113.
3. *Správa z 19. zasadania ICUMSA*. 1986, s. 221.
4. VACCARI G., GODSHALL M. A., NEMETH M.: *Zuckerind.*, 118, 1993, s. 938–943.

*preložila Alžbeta Korčeková*