

ICUMSA METÓDY LABORATÓRNEJ KONTROLY CUKROVARNÍCKEJ VÝROBY

Metóda GS8-6 (2005)

A – Stanovenie obsahu vlhkosti v sušených repných rezkoch sušením vo vákuovej sušiarňi

prípustná metóda (1)

1 Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda, odvodená z Prvej smernice Komisie Európskej únie (2), sa týka stanovenia obsahu vlhkosti v suchých repných rezkoch (Všeobecná trieda 8).

2 Princíp

Vzorka sa suší pod vákuom. Strata hmoty sa stanoví vážením.

3 Prístrojové vybavenie

3.1 Mlynček – z materiálu neabsorbujúceho vlhkosť a ľahko čistiteľného; ktorý umožňuje rýchle, rovnomerné drvenie bez tvorby znateľného tepla; ktorý zabraňuje kontaktu s okolitým vzduchom (napr. kladivkové alebo vodou chladené mikromlynčeky, zasúvacie kuželové mlynčeky, drviče s pomalým pohybom alebo s ozubenými kolieskami).

3.2 Analytické váhy – s rozlíšením 0,5 mg.

3.3 Nádobky na sušenie – z nekorozívneho kovu alebo skla, s vrchnákmi zabezpečujúcimi vzduchotesné uzavretie, priemer približne 50 mm.

3.4 Vákuová sušiareň – vybavená olejovou vývevou a mechanizmom na zavádzanie horúceho vysušeného vzduchu alebo obsahujúca sušiaci materiál, napr. oxid vápenatý.

3.5 Exsikátor.

4 Postup

POZNÁMKA – Operácie popísané v tejto časti sa musia vykonať okamžite po otvorení nádoby so vzorkou. Analýza sa musí vykonať minimálne v dvoch paralelkách.

4.1 Príprava – Zoberte minimálne 50 g vzorky. Rozdrvte ju na častice, z ktorých aspoň 50 % prejde cez sito s veľkosťou otvorov 0,5 mm a na site s veľkosťou otvorov 1 mm nezostane viac ako 10 %.

4.2 Sušenie – Odvážte sušiacu nádobku aj s vrchnákom na najbližších 0,5 mg, m_1 . Do nádoby dajte a rovnomerne rozložte asi 5 g vzorky a odvážte na najbližšie mg, m_2 . Vložte nádobku, bez vrchnáku, do vákuovej sušiarne predhriatej na teplotu medzi 80 °C a 85 °C. Nastavte vákuum na 13,3 kPa (absolútny tlak) a nechajte sušiť pri tomto tlaku po dobu 4 hod, buď v prúde horúceho suchého vzduchu alebo za prítomnosti sušiaceho materiálu (asi 300 g na 20 vzoriek). V druhom prípade vypnite vývevu, keď sa dosiahne požadovaný tlak. Čas sušenia počítajte od momentu, keď sa teplota sušiarne vráti na 80–85 °C. Opatrne vráťte sušiareň naspäť do atmosferického tlaku. Otvorte ju, ihneď zakryte sušiacu nádobku vrchnákom, vyberte nádobku zo sušiarne a nechajte chlaďiť 30–45 min v exsikátore a odvážte na najbližšie mg, m_3 . Sušte po dobu ďalších 30 min vo vákuovej sušiarňi pri teplote od 80 °C do 85 °C a znovu odvážte. Rozdiel medzi dvoma váženiami nesmie prekročiť 0,1 % vlhkosti.

5 Vyjadrenie výsledkov**5.1 Výpočet obsahu vlhkosti.**

$$\text{Vlhkosť} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (\%).$$

5.2 Presnosť (3). Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti by nemal byť vyšší ako 0,49 %.

Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť vyšší ako 1,60 %.

6 Literatúra

1. Správa z 24. zasadania ICUMSA. 2004, s. 133.
2. Prvá smernica komisie z 15. júna 1971, 71/250/EEC (OJ No. L155/71, 12-7-71).
3. Správa z 21. zasadania ICUMSA. 1994, s. 117–144.

B – Sušina v sušených repných rezkoch

oficiálna metóda

1 Rozsah

Táto metóda sa používa na stanovenie obsahu vlhkosti a sušiny v sušených repných rezkoch (Všeobecná trieda 8).

2 Oblasť použitia

Metóda sa môže aplikovať na sušené rezky, ktoré sa používajú ako krmivo.

3 *Princíp*

Vzorka sa suší pri teplote 103 °C v sušiarňi po dobu 16 hodín. Strata hmoty sa stanoví vážením.

4 *Prístrojové vybavenie*

4.1 **Univerzálne kliešte.**

4.2 **Sušiareň s núteným ťahom** – pracujúca pri teplote 103 ±1 °C.

4.3 **Nádobky s vrchnákmi** – priemer približne 90 alebo 100 mm, výška 30 mm.

4.4 **Exsikátor** – so silikagélom ako sušiacim materiálom, sušeným každé dva týždne počas noci pri teplote 140 °C.

4.5 **Analytické váhy** – s rozlíšením 1 mg.

5 *Príprava vzorky*

Sušené granule (pelety) sa musia najprv rozlámať pomocou klieští.

6 *Postup*

Zohrievajte nádobku aj s vrchnákom v sušiarňi pri 103 ±1 °C po dobu 30 min. Potom vložte nádobku s vrchnákom do exsikátora a nechajte ochladieť na teplotu prostredia. Odvážte na najbližšie mg, hmotnosť = m_1 . Do vopred odváženej nádoby dajte približne 20 g pripravených rezkov, zakryte vrchnákom a odvážte zavretú nádobku, rezky a vrchnák na najbližšie mg, hmotnosť = m_2 . Dajte vrchnák pod nádobku a takto vložte do sušiarne s teplotou 103 ±1 °C, od steny, na 16 h ±15 min.

Vráťte vrchnák na nádobku a vložte do exsikátora, nechajte ochladieť na teplotu prostredia a znovu odvážte na najbližšie mg, hmotnosť = m_3 . S nádobkou a vrchnákom sa musí narábať v čistej rukavici. Analýzu vykonajte paralelne, výsledkom je priemerná hodnota.

7 *Vyjadrenie výsledkov*

7.1 **Výpočet.** Vlhkosť sa vypočíta nasledovne:

$$\text{vlhkosť} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (\%)$$

7.2 **Sušina:** sušina = 100 – vlhkosť (%)

7.3 **Presnosť** (2). Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti by nemal byť vyšší ako 0,27 % sušiny.

Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť vyšší ako 0,57 % sušiny.

8 *Literatúra*

1. *Správa z 22. zasadania ICUMSA*. 1998, s. 161.
2. *Správa z 22. zasadania ICUMSA*. 1998, s. 158

9 *História*

GS8-6 bola publikovaná v Dodatku 1998, revidovaná v Dodatku 2005.