

Laserová difrakce a její využití při analýze cukru

USING LASER DIFFRACTION FOR SUGAR ANALYSIS

Laserová difrakce je založena na pozorování, že úhel světla rozptýlený částicí je v přímé souvislosti s její velikostí. Velikost částice a úhel difrakčního světla mají nepřímo úměrný vztah, tj. úhel se zmenšuje se zvětšující se velikostí částic. V přístroji PSA jsou dispergované částice vzorku (v suché nebo kapalně formě) vedeny proti laserovému paprsku, který je částicemi rozptýlen. Výsledný laserový difrakční obrazec je zaznamenán detektory a poté analyzován matematickým modelem, čímž se získá distribuce velikosti částic.

Nejčastěji používanou formou cukru v kuchyni je sacharosa, disacharid glukosy a fruktosy. Nachází se v tkáních většiny rostlin, ale je převážně produkován z cukrové řepy a třtiny. Extrakce probíhá v kapalně formě a po zjemnění a odpaření je krystalizace zahájena v přesyceném sirupu zavedením jemných krystalů cukru. Výsledný produkt, nazývaný cukr krystal, má velikost částic do jednotek milimetrů, což je silně ovlivněno různými výrobními kroky.

Dále jsou také požadovány jemnější formy cukru pro mnoho typů pečeni. Krupicový cukr, také nazývaný jemný granulovaný cukr, se vyrábí z cukru krystal pomocí sít, aby se zmenšila velikost částic. Moučkový cukr je nejlepší formou komerčního cukru a vyrábí se mletím cukru krystal.

Důkladné sledování velikosti částic během výroby cukru je proto prvořadé a přístroj PSA je ideálním zařízením pro tento úkol. Jednou z výhod přístroje PSA je jeho schopnost dispergovat vzorky prášku pomocí dvou různých metod. V takzvaném Venturiho módu (nazývaném také suchá trysková disperze) je prášek přiváděn do komory a vypuzován Venturiho trubicí při regulovaném tlaku, který může uživatel nastavit v rozmezí mezi 100 a 6000 milibary. U částic větších než 300 μm lze jako alternativu k Venturiho módu použít režim volného pádu. V tomto případě se vzorek přivádí do rozdělovače, jehož otvor je umístěn přímo nad laserovým paprskem. Částice pak jednoduše padají před detektor bez použití tlaku.

Nejprve byly porovnány dva vzorky cukru od stejného výrobce, vzorky cukru krystal a krupice. Oba vzorky měly očekávanou velikost částic nad 300 μm . Z tohoto důvodu byla použita disperzní metoda. Podle očekávání byla střední velikost částic cukru krystal větší než velikost částic cukru krupice (hodnoty D_{50} 1 113 μm vs. 681 μm , viz tab. I.). Relativní standardní odchylky pro hodnoty D_{50} byly trvale pod 3 %, což je dokladem vynikající opakovatelnosti měření. Stojí za povšimnutí, že rozpětí velikosti částic cukru krystal má velmi nízkou hodnotu 0,58, svědčící o velmi úzké

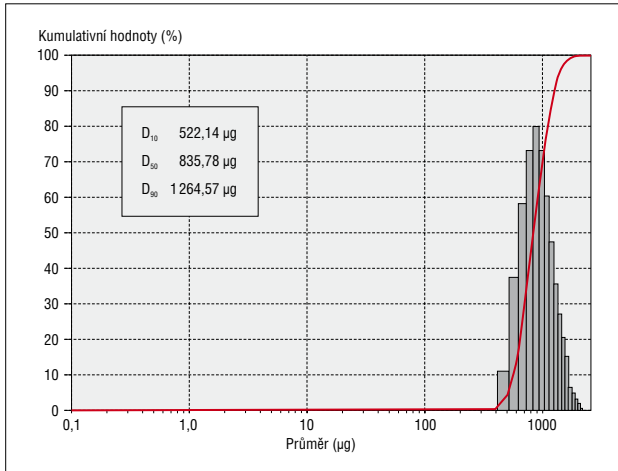
monomodální disperzi. To naznačuje, že krystalizační proces používaný pro výrobu byl dobře řízen a produkoval krystaly cukru, které byly velmi homogenní co do velikosti. Rozpětí velikosti krystalů krupicového cukru bylo významně vyšší (1,00) a poukazuje na širší distribuci velikosti částic, což naznačuje, že metoda použitá pro oddělení hrubších krystalů cukru od jemných během výroby představuje určitou úroveň heterogenity.

Disperzní Venturiho systém je povinně používaný disperzní režim pro částice menší než 300 μm a lze jej použít pro částice až do 500 μm . Schopnost Venturiho systému rozdělit aglomeráty se zde prokazuje rozbitím krystalů cukru krupice. Cukr krupice s hodnotou $D_{10} = 400 \mu\text{m}$ je na hranici mezi specifikacemi obou metod suché disperze a jako takový je dobrým vzorkem pro přímé srovnání mezi volným pádem a Venturiho systémem měření.

Obr. 1. Přístroj PSA 1190 LD s příslušenstvím pro automatické vkládání vzorku



Obr. 2. Distribuce velikosti částic (šedé sloupce) na základě jejich objemu a kumulativních hodnot (červená křivka) cukru krupice za použití režimu volného pádu nebo Venturiho režimu při různých tlacích



Jak je znázorněno na obr. 2., měřením cukru krupice prováděného pomocí režimu volného pádu byla získána jasně monomodální distribuce a střední velikost částic 760 µm. Použití Venturiho módu i při relativně nízkém tlaku (1 000 mb) vedlo k více než 50% poklesu střední velikosti

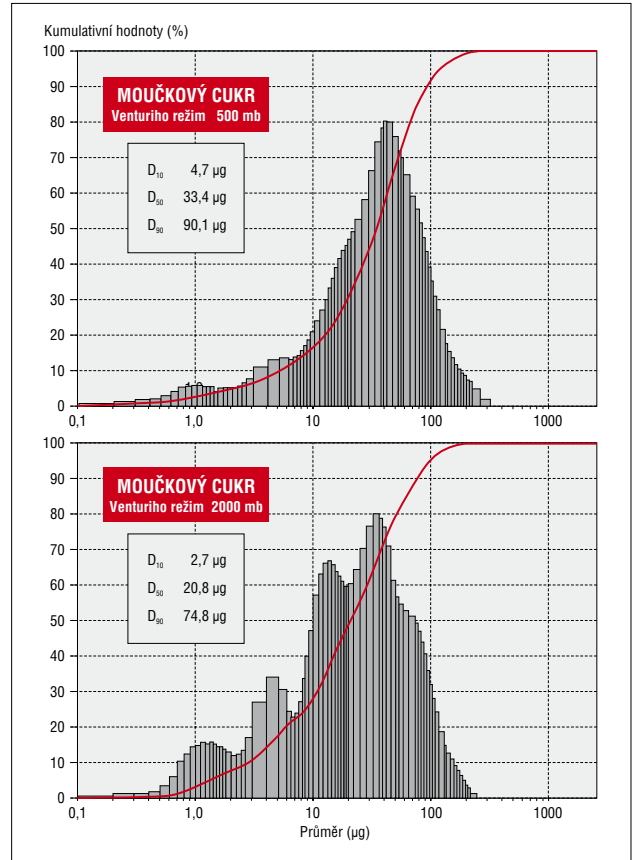
Tab. I. D_{10} , D_{50} a D_{90} hodnoty cukru měřené metodou volného pádu – šířka distribuce je vypočtena dle $(D_{90} - D_{10})/D_{50}$ pro každé měření; výsledky jsou vyjádřeny jako průměr ± směrodatná odchylka ze 3 po sobě jdoucích měření

Typ cukru	D_{10} (µm)	D_{50} (µm)	D_{90} (µm)	Šířka distribuce
	průměrná hodnota ± směrodatná odchylka			
Krupice	878 ± 29	1 113 ± 33	1 525 ± 69	0,58 ± 0,03
Krystal	400,4 ± 20	680,6 ± 19	1 083 ± 32	1,00 ± 0,06

Tab. II. Hodnoty D_{10} , D_{50} a D_{90} cukru moučka, získané rozptýlením částic Venturiho systémem za zvýšeného tlaku vzduchu; výsledky jsou vyjádřeny jako průměr ± směrodatná odchylka ze 3 po sobě jdoucích měření

Venturiho systém	D_{10} (µm)	D_{50} (µm)	D_{90} (µm)
	průměrná hodnota ± směrodatná odchylka		
500 mb	5,7 ± 0,08	33,19 ± 0,27	118,55 ± 5,2
2 000 mb	3,03 ± 0,24	19,64 ± 0,35	65,25 ± 0,21
4 000 mb	2,87 ± 0,08	17,97 ± 0,06	64,42 ± 0,36

Obr. 3. Distribuce velikosti částic na základě objemu částic (šedé sloupce) a kumulativní hodnoty (červená křivka) cukru moučka dispergovaného Venturiho systémem při 500 nebo 2000 mb



částic. Naznačuje to, že částice cukru krupice se během disperze rozpadaly. Měření při vysokém tlaku (4 000 mb) vedlo k ještě výraznějšímu zmenšení velikosti částic, přičemž hodnota D_{10} klesla o 95% ve srovnání s režimem volného pádu.

Nakonec byl změřen komerční vzorek cukru moučka, který měl očekávanou velikost částic pod 100 µm. To vyžadovalo použití disperzního Venturiho módu. Byl stanoven minimální tlak, který je schopen vytvořit přiměřenou disperzi, který je 500 mb. Jak je ukázáno na obr. 3., střední velikost částic (hodnota D_{50}) za použití těchto podmínek byla 33 µm. Zvýšení tlaku vzduchu na 2 000 mb významně snížilo střední velikost částic (19,9 µm), což jasně ukazuje, že vysoký tlak vedl k rozbití částic cukru.

Široká modularita přístroje PSA, pokud jde o metodu suché disperze, je proto zvláště výhodná při měření křehkých částic. Takových, jako jsou krystaly cukru, které jsou citlivé jak na aglomeraci, tak na lom.

Anton Paar Czech Republic, s. r. o.

