

ЕКСПРЕС-МЕТОД ДЛЯ ПОТОЧНОГО КОНТРОЛЮ КОЛЬОРОВОСТІ КРИСТАЛІЧНОГО ЦУКРУ-ПІСКУ

EXPRESS-METHOD FOR CURRENT CONTROL OF COLOURED OF CRYSTALLINE SUGAR-SAND

*Платонов В.В., Дадеко Л.І., Ковальчук А.В. – ІТТФ НАН України
Хомічак Л.М., Купчик М.П., Клименко Л.С. – НУХТ
Штангеев В.О., Чернявська Л.І., Михайленко О.П. УкрНДІЦП*

*Platonov V.V., Dadeko L.I., Koval'chuk A.V. – ITTF of NAN of Ukraine
Homichak L.M., Kupchik M.P., Klymenko L.S. – NUFT
Shtangeev V.O., Chernyavska L.I., Mikhaylenko O.P. UKRNDITSP*

Наведені відомості про вимоги до кольоровості цукру в бальній системі в країнах ЄС, описаний принцип дії вітчизняного приладу для визначення кольоровості цукру в кристалічному вигляді та порівняння показників, одержаних на ньому та колориметрі КФК-3.

Resulted information about requirements to coloured of sugar in the ball system in the countries of ES, described principle of action of domestic device for determination of coloured sugar in a crystalline kind and comparison of indexes, got on him and chromometer KFK-3.

Ключові слова:

країни ЄС, кольоровість, прилад, колориметр ЦУ-ТЕП-С, кристалічний цукор, експрес-метод, бали, ICUMSA, умовні одиниці, коефіцієнт кореляції.

Ключевые слова:

страны ЕС, цветность, прибор, колориметр ЦУ-ТЕП-С, кристаллический сахар, экспресс-метод, баллы, ICUMSA, условные единицы, коэффициент корреляции.

Keywords:

the countries of ES, coloured, device, chromometer TSU-TEP-S, crystalline sugar, express-method, marks, ICUMSA, conditional units, coefficient of correlation.

Першим кроком України на шляху її входження у Європейську спільноту є вступ до Світової організації торгівлі. Членство нашої держави в цій організації передбачає ввезення в Україну цукру-сирцю в кількості 260 тис. тонн та реальною стане можливість експорту такої ж кількості вітчизняного

цукру в інші країни, де до його якості висувають надзвичайно високі вимоги. Цукор для реалізації повинен мати показники якості не нижчі, ніж наведено у таблиці 1.

Порівняння показників якості цукру, який виробляють у країнах ЄС та в Україні

Таблиця 1

Показники якості цукру	Цукор, який виробляють у країнах Європейської спільноти для споживання			Цукор за ДСТУ 2316-93 (ГОСТ 21-94)
	Категорії цукру			
	1	2	3	
Вміст цукрози за прямою поляризацією, %	99,7	99,7	99,7	99,75
Вологість,%	0,06	0,06	0,06	0,14
Вміст інвертного цукру, % не більше	0,04	0,04	0,04	0,05
Вміст золи кондуктометричної, у % до маси цукру, не більше	0,0108	0,027		0,04
у балах, не більше	6	15		
Кольоровість				
у розчині, од. ICUMSA, не більше	22,5	45		104
у балах, не більше	3	6		
у кристалічному вигляді, за еталонами, не більше	2	3,5	6	
у балах, не більше	4	9	12	
Загальна сума у балах, не більше	8	22	-	

Постанова Європейського економічного співтовариства щодо якості цукру за №12655/69 від 1 червня 1969 року була опублікована в збірнику законів ОJ L 163, 04/07/1969, pp. 0001-0006, та у спеціальних законодавчих виданнях всіх країн, які входять до нього. У додатку до цієї постанови наведено методи для визначення якості білого цукру в ЄС, а також основні (забарвленість у розчині та у кристалічному вигляді, вміст золи) та додаткові (поляризація, вміст редукувальних речовин, вологість) критерії, які зумовлюють якість цукру. Цей додаток є попередньо прийнята Комісією ЄС постанова №782/68–3 від 26

червня 1968 року, яка регламентувала детальні правила приймання для закупки цукру та показники його якості. В постанові також регламентується порядок введення її в дію [1].

У країнах Європейського економічного співтовариства (ЄС) сьогодні застосовується комплексна узагальнена оцінка якості цукру. Критерії якості, крім показників у абсолютних одиницях, містять показники у балах [2, 3].

Суму балів визначають за трьома основними показниками:

- кольоровістю цукру, визначеною у розчині згідно офіційного методу ICUMSA GS 2/3-9, 1994 р;

- кольоровістю цукру у кристалічному вигляді відносно стандартних Брауншвейгських зразків цукру, визначеною за офіційним методом ICUMSA CS-2-11, 1994 р.;

- вмістом кондуктометричної золи, яку визначають за офіційним методом ICUMSA CS-2/3-17, 1994 р.

На один бал припадає: при визначенні кольоровості у розчині - 7,5 одиниць оптичної густини (одиниць ICUMSA); при визначенні кольоровості у кристалічному вигляді - 0,5 еталона; кондуктометричної золи – 0,0018%.

Аналізуючи показники якості цукру в табл. 1, слід зазначити, що цукор, щоб відповідати певній категорії, не може мати максимальні значення за всіма контрольованими показниками (забарвленість у розчині та у кристалічному вигляді, вміст золи). Ці показники, перераховані у бали, не можуть перевищувати їх суму, яка визначена Постановою №12655/69 від 1 червня 1969 року [1].

Як видно з вищезазначеного, обов'язковим показником контролю якості вітчизняного цукру за умови продажу його іноземним споживачам є визначення кольоровості цукру в кристалічному вигляді. Цей показник можна визначати візуально за допомогою Брауншвейгських стандартних зразків (офіційна методика ICUMSA) та за допомогою приладів-спеціалізованих фотометрів відбиття (експериментальна методика ICUMSA).

Брауншвейгські стандартні зразки типів кольоровості – це шкала із 7 цукрів. Використовуваний для цих зразків цукор повинен бути ретельно

очищений від нецукрів та барвних речовин, не мати ніякого відтінку, з низьким показником відбиття. Розмір кристалів повинен знаходитись у діапазоні 0,5 – 1 мм. Для фарбування кристалів цукру рекомендується використовувати такі барвники: французьку охру 8109 жовтого кольору (40 частин), охру 8113 червонувато-коричневого кольору (1 частину), кіпрську умбру темно-коричневого кольору (6 частин). Компоненти суміші фарб змішують протягом 8-10 годин у барабані, який крутиться. Не допускається змішувати фарби шляхом розтирання їх у ступці. Для забезпечення належного перемішування спочатку змішують суміш барвників з невеликою кількістю цукрового розчину, а потім додають основну кількість розчину і продовжують перемішування до рівномірного розподілу барвника. До цього розчину додають 750 г сухого цукру й перемішують суміш протягом 6 хв. Потрібно уважно стежити за тим, щоб не пошкодити кристали цукру при перемішуванні. Суміш центрифугують за допомогою роторної центрифуги при її обертах 3000 об/хв. Відцентрифугований цукор вручну перемішують на повітрі до тих пір, поки він не буде злипатися, а потім розподіляють його на папері й залишають на ніч для висушування. Для приготування кожного стандартного зразка з набору обчислюють за квадратичним співвідношенням масу суміші барвних речовин, яку вищезазначеним способом змішують із 750 г сухого безбарвного цукру. У приготовлених зразках визначають коефіцієнт відбиття за допомогою спеціалізованого фотометра відбиття. Коефіцієнти відбиття у вигляді функції від довжини хвилі у межах видимого спектру повинні представляти плавну криву без точок перегину (без $\max$ та $\min$). Одержані зразки вносять в стандартні контейнери (коробочки) і використовують для порівняльних випробувань досліджуваних зразків цукру. Такі зразки виготовляють лише у Брауншвейгському інституті вуглеводів.

Система контролю кольоровості цукру на заводах нашої держави передбачає визначення цього показника лише у розчині. На заводах відсутні еталонні зразки, нема також приладів-фотометрів відбиття. Такі прилади, а також еталонні зразки пропонуються зарубіжними виробниками, але недоступні вітчизняним заводам за їх високої ціни [4]. Визначення

кольоровості цукру шляхом аналізування його розчинів здійснюється у середніх пробах, відібраних протягом зміни, за допомогою приладів КФК-3, якими оснащено всі цукрові заводи України. Таким чином, контроль якості певної партії цукру шляхом визначення кольоровості у розчині й порівняння із стандартними зразками достатньо копітка справа й вимагає значних витрат часу, а також відповідного оснащення лабораторій цукрових заводів. Для поточного контролю показника кольоровості цукру у технологічному процесі при центрифугуванні утфелю кожного звареного апарату дуже важливим є наявність експресного методу та технічного засобу для його реалізації.

Виробництво вітчизняного лабораторного обладнання для визначення кольоровості цукру є надзвичайно актуальним, тому що дасть можливість створити порівняно недорогі прилади та організувати їх належне сервісне обслуговування на цукрових заводах.

ДКТБ інституту технічної теплофізики (ІТТФ) НАНУ за участю кафедри технології цукристих речовин НУХТ та УкрНДІЦП розробило і виготовило прилад для експрес-визначення кольоровості цукру-піску в кристалічному вигляді – автоматичний програмний колориметр ЦУ ТЕП-С [6]. Прилад призначений для вимірювання кольоровості кристалічного цукру-піску без розчинення.



Рис 1. Прилад ЦУ ТЕП-С

Принцип дії приладу ґрунтується на залежності кольоровості кристалічного цукру-піску від інтенсивностей пропущеного через і відбитого від зразка цукру випромінювання вибраних спектральних діапазонів.

Зовнішній вигляд приладу наведений на рис.1, функціональна схема приладу - на рис.2.

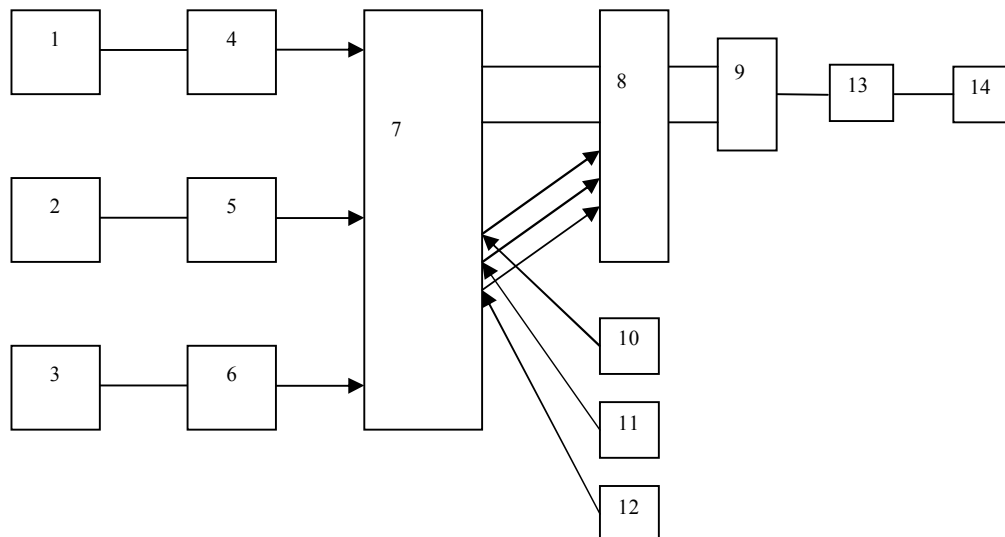


Рис 2. Функціональна схема приладу ЦУ ТЕП-С

1, 2, 3, 10, 11, 12, – випромінювачі; 4, 5, 6 – конденсуючі оптичні системи; 7 – досліджувальний зразок; 8 – фокусуюча оптична система; 9 – фотоприймач; 13 – блок обробки інформації; 14 – дисплей.

Автоматичний аналізатор діє наступним чином. Подають випромінювання послідовно від випромінювачів 1, 2, 3 – спектральних ліній λ_1 , λ_2 , λ_3 через конденсуючі оптичні системи 4, 5, 6 з світлофільтрами, чи без них на досліджуваний зразок 7 кристалічного цукру-піску. Пропущене через досліджуваний зразок 7 випромінювання після взаємодії з досліджуваним зразком направляють на фокусуючу оптичну систему 8 і фотоприймач 9. Після послідовного опромінювання досліджуваного зразка випромінювачами 1, 2, 3 цей зразок 7 в додатковому каналі опромінюють випромінюванням від випромінювачів 10, 11, 12 (спектральних ліній λ'_1 , λ'_2 , λ'_3) і реєструють відбите від досліджуваного зразка 7 випромінювання за допомогою фокусуючої оптичної системи 8 на фотоприймачі 9. Корисний сигнал після фотоприймача 9 обробляють в блоці обробки інформації 13 і результат висвічується в одиницях кольоровості для вибраної шкали на дисплеї 14.

Колориметр ЦУ ТЕП-С відкалібрований в одиницях ICUMSA, в умовних одиницях (Штаммера) та в Брауншвейгських стандартних одиницях кольоровості кристалічного цукру-піску. Для калібрування колориметра відбирали 11 зразків цукру-піску і вимірювали їх кольоровість на новому приладі в кристалічному вигляді без розчинення. Паралельно вимірювали

кольоровість всіх зразків цукру стандартним методом в розчиненому стані в одиницях ICUMSA та умовних одиницях на фотоелектроколориметрі КФК-3 (свідоцтво про повірку № 37/3015 від 22.09.2004 р.) в акредитованій Центральній випробувальній лабораторії УкрНДІЦП. Одержані результати представлені в таблиці 2.

Таблиця 2

Кольоровість зразків цукру, визначена на приладах КФК-3 і новому колориметрі ЦУ ТЕП-С

№ зразка	Сухі речовини, СР, %	Оптична густина, D_{420}	Кольоровість, Брауншвейгсь кі од.	Кольоровість, ум. од. (Штаммера), визначена на приладі:		Кольоровість, од. ICUMSA, визначена на приладі:	
				КФК-3	ЦУ ТЕП-С	КФК-3	ЦУ ТЕП-С
1	52,03	0,065	1,0	0,154	0,154	20,12	20,05
2	53,68	0,077	1,45	0,180	0,180	23,4	23,40
3	53,29	0,124	1,95	0,289	0,261	37,1	33,93
4	53,56	0,148	2,25	0,339	0,310	44,28	40,25
5	48,60	0,116	2,95	0,307	0,327	39,33	42,45
6	54,41	0,148	3,1	0,332	0,336	43,37	43,63
7	54,06	0,183	4,0	0,416	0,446	54,12	57,98
8	53,25	0,312	5,35	0,723	0,736	94,35	95,68
9	53,84	0,363	5,6	0,829	0,810	107,6	105,35
10	54,57	0,331	6,15	0,734	0,713	96,58	92,68
11	52,95	0,351	6,25	0,816	0,773	106,3	100,45

Кореляційні поля залежності значень Z^* одиниць кольоровості кристалічного цукру-піску за шкалою ICUMSA, виміряних стандартним методом в розчині згідно ДСТУ 2075-92 та відповідних значень Z , виміряних запропонованим способом (рис. 3), характеризуються коефіцієнтами кореляції $K_1 = 0,981 - 0,985$.

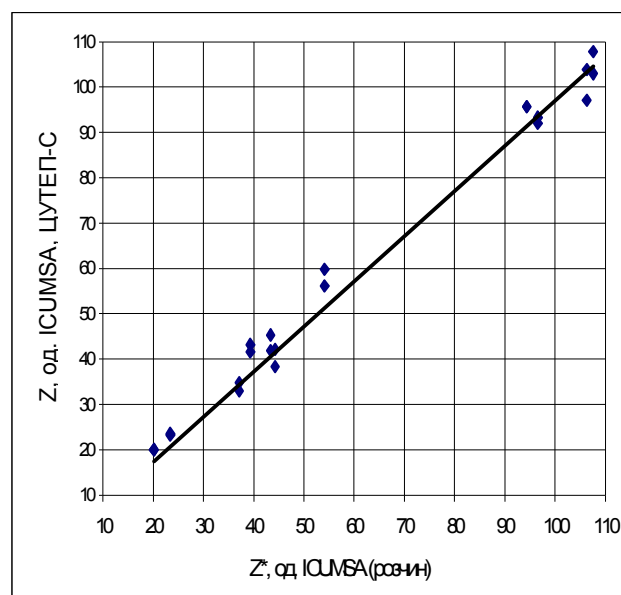


Рис. 3. Кореляційне поле значень кольоровості Z , визначених на приладі ЦУ ТЕП-С і значень кольоровості Z^* , визначених згідно ДСТУ 2075-92

Кореляційні залежності значень кольоровості Z^* в одиницях ICUMSA визначених згідно ДСТУ 2075-92 в розчині від значень кольоровості Z , визначених на приладі ЦУ ТЕП-С, аналітично відповідають залежностям типу:

$$Z = a + b \cdot x^n + c/y^m,$$

де x , y – інтенсивності зареєстрованого на фотоприймачі результуючого випромінювання відповідних спектральних діапазонів, що взаємодіє з досліджуваним об'єктом; a , b , c , n , m – коефіцієнти, що залежать від типу і особливостей досліджуваного зразка.

Коефіцієнт кореляції значень кольоровості Z^* кристалічного цукру-піску в Брауншвейгських одиницях від відповідних значень кольоровості Z виміряних на ЦУ ТЕП-С K_2 дорівнює 0,99.

Автоматичний колориметр ЦУ ТЕП-С дозволяє швидко визначити кольоровість кристалічного цукру-піску. Тривалість вимірювань – 30 секунд. За методикою ДСТУ визначення кольоровості цукру-піску потребує наявності спеціального лабораторного обладнання (водяна баня, рН-метр, рефрактометр, колориметр) та значних витрат часу для підготовки проби до аналізу і проведення вимірювання – близько двох годин для одного зразка. Експрес-визначення кольоровості цукру-піску на новому колориметрі може бути рекомендоване для контролю кольоровості цукру-піску кожної варі вакуум-апарату, що важливо з точки зору забезпечення якості готової продукції.

Колориметр атестований в Держстандарті України і має такі технічні характеристики:

Діапазон вимірювання, од. ICUMSA	0 – 250
Діапазон вимірювання, умов. од. Штаммера	0 – 1,92
Габаритні розміри, мм	220x220x70
Вага приладу, кг	0,9
Гарантійний термін, міс	12

Прилад надійний і простий в експлуатації. Поряд з високими технічними характеристиками прилад має доступну ціну.

Література

1. Official Journal Treaties Legislation 163, 04/07/1969, pp. 0001-0006
2. Schneider F. Sugar Analysis. ICUMSA Methods. . ICUMSA. Peterborough. England.-1979. pp.125-129,182.
3. Book Methods. ICUMSA. England.-1994.pp45-53
4. Рамирез З., Братусь В.В. Контроль качества и управление технологическими процессами в производстве сахара. – Сахар. –2003, № 2. –С. 52–55.
5. Скорик К.Д. Менеджмент якості цукру / Матеріали науково-технічної конференції цукровиків України “Шляхи підвищення ефективності бурякоцукрового виробництва”. –К.: “Цукор України”, 2004. –С. 189–192.
6. Науковий звіт № А-11/04 відділу ТДС Інституту технічної теплофізики Національної академії наук України. Київ, 2004 р.