# УДОСКОНАЛЕНИЙ ЕКСПРЕС-МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ КОЛЬОРОВОСТІ БІЛОГО ЦУКРУ НА МОДЕРНІЗОВАНОМУ КОЛОРИМЕТРІ ЦУ ТЕП-СМ

# ADVANCED EXPRESS METHOD OF WHITE SUGAR COLOUR INDEX DEFINITION ON THE MODERNIZED COLORIMETER SU-TEP-SM

*Тихонюк А.В., Дадеко Л.І., Хомічак Л.М., Клименко Л.С.*

*A.V. Tihonjuk, L.I. Dadeko, L.M. Homichak, L.S. Klymenko*

*За рахунок модернізації приладу для вимірювання кольоровості білого цукру без розбавлення та вдосконалення відповідної методики без попередньої пробопідготовки вдалося скоротити тривалість проведення аналізу до 30 секунд та отримати значення кольоровості з похибкою, що не перевищує вимоги ДСТУ 2015-92 (ГОСТ 12572-93).*

*Due to modernization of device for measuring the coloured of white sugar without dilution and perfection of the proper method without previous sample preparation to shorten duration of up of analysis to 30 seconds and to get the value of coloured with an error which does not exceed the requirement of DSTU 2015-92 (GOST 12572-93).*

*Ключові слова:*
*Білий цукор, колориметр ЦУ-ТЕП-СМ, модернізація, удосконалений експрес-метод, кольоровість, похибка, ICUMSA, умовні одиниці, шкала, світлодіоди.*

*Ключевые слова:*
*Белый сахар, колориметр ЦУ-ТЕП-СМ, модернизация, усовершенствованный экспресс-метод, цветность, погрешность, ICUMSA, условные единицы, светлодиоды.*

*Keywords:*
*white sugar, chromometer ZU TEP-CM, modernization, improved express method, coloured, error, ICUMSA, conditional units, scale, light-emitting diodes.*

Визначенню одного з основних якісних показників білого цукру – кольоровості наразі приділяється значна увага. В Україні з 1 січня 2008 року введено в дію новий Держстандарт на цукор – ДСТУ 4623:2006 «Цукор білий. Технічні умови» [4] і, відповідно, скасовано чинність ДСТУ 2316-93 (ГОСТ 21-94). Новим документом узаконені більш високі вимоги до якості цукру. Це пов’язано із вступом України до Світової організації торгівлі. Членство нашої

держави в цій організації передбачає експорт вітчизняного цукру в інші країни, де до його якості висувають надзвичайно високі вимоги. Зокрема, в країнах ЄС передбачається визначення кольоровості цукру як в розчині, так і в кристалічному вигляді без розбавлення. Система контролю кольоровості цукру на заводах України передбачає визначення цього показника лише в розчині. На заводах відсутні еталонні Брауншвейгські зразки цукру, немає також приладів-фотометрів відбиття. Серед приладів експрес контролю кольоровості білого цукру без розбавлення необхідно відмітити прилади типу Sucroflex – цифровий колориметр відбиття для визначення кольоровості кристалічного білого цукру (шкала побудована на кольорових стандартах, одержаних із штучно забарвлених зразків цукру) і Saccharoflex – електронний колориметр для автоматичного визначення кольоровості кристалічного цукру у відповідності з рекомендаціями ICUMSA (GS 2-11 та GS 2-13) виробництва Sclmidt+haench GmbH&Co.

Основною перешкодою до широкого використання зазначених експрес-аналізаторів кольоровості білого цукру на цукрових заводах та підприємствах харчової промисловості – споживачах цукру є їх висока вартість (від 10 тис. євро). В той же час позитивно зарекомендував себе вітчизняний автоматичний експрес-аналізатор кольоровості кристалічного білого цукру без розбавлення ЦУ ТЕП-С (рис.1) з програмним забезпеченням виробництва ЗАТ "ДКТБ ТЕП", м. Київ [1, 2]. Прилад розроблений спільно з УкрНДІЦП та кафедрою технології цукру і полісахаридів Національного університету харчових технологій.

Рис.1

Прилад ЦУ ТЕП-С відкалібрований в одиницях С, в умовних одиницях (Штаммера) та в Брауншвейгських стандартних одиницях кольоровості. При цьому згідно ДСТУ 12572-93 [3] визначення кольоровості цукру в розчині потребує спеціального лабораторного обладнання (водяна баня, pH-метр, рефрактометр) та значних витрат часу для підготовки проби до аналізу і проведення вимірювання – близько двох годин для одного зразка. Визначення кольоровості цукру в кристалічному вигляді на колориметрі ЦУ ТЕП-С не потребує пробопідготовки, займає 30 секунд й дозволяє визначити кольоровість цукру в трьох видах одиниць. Необхідно зазначити, що згідно ДСТУ 12572-93 [3] кольоровість цукру в розчині визначається як середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати 10 % при довірчій ймовірності P = 0,95. В той же час науковцями доведено [1], що при виконанні аналізу стандартним методом з однією пробою цукру в різних лабораторіях на однотипних приладах (фотоелектроколориметрах КФК-3) похибка визначення складає не менше 14 %, а зазвичай вона знаходиться в межах 100 % . Для рафінованого цукру вищого ґатунку, що має низьку кольоровість, похибка може сягати 500 % [1]. Тому завдання зменшення похибки при визначенні кольоровості білого цукру при розробленні нових методів є актуальним.

Разом з тим, експлуатація приладу ЦУ ТЕП-С в промислових умовах показала відносну нестабільність вимірювань, зумовлену різним розміром кристалів (0,2-2,5 мм), формою кристалів цукру та їх розміщенням у вимірювальній кюветі при визначенні кольоровості методом аналізу дифузно-відбитого випромінювання. Крім того, введений в дію новий ДСТУ на білий цукор, адаптований до вимог СОТ, передбачає виробництво цукру чотирьох категорій, згідно яких показник кольоровості цукру змінюється в широкому діапазоні: від 40 до 195 ICUMSA. Тому виникла необхідність модернізації приладу ЦУ ТЕП-С з метою підвищення точності та стабільності вимірювань кольоровості білого цукру.

З метою зниження впливу розмірів та форми кристалів на кольоровість цукру розроблено нову модифікацію приладу ЦУ ТЕП-СМ, в якій як і в зарубіжних

аналогах, передбачено збільшення площі взаємодії випромінювання та поверхні зразка. Для досягнення зниження розбіжності паралельних вимірювань було досліджено вплив конструктивних особливостей оптико-електронного блоку модернізованого приладу на стабільність вимірювань. Для збільшення рівномірності освітлення зразку цукру були встановлені рівномірнорозсіюючі екрани для кожного джерела випромінювання при збільшенні кількості випромінювачів.

Дослідження впливу кількості випромінювачів на стабільність і інтенсивність корисного сигналу дозволило встановити оптимальну кількість джерел випромінювання – 12 світлодіодів.

Значення результатів вимірювання кольоровості зразку кристалічного білого цукру на приладі ЦУ ТЕП-С та новій модифікації ЦУ ТЕП-СМ наведені в таблиці 1. Аналіз одержаних результатів показав, що максимальна відносна похибка для 10 вимірювань кольоровості зразку кристалічного білого цукру для першого приладу складає 4,6%, в той час як для ЦУ ТЕП-СМ – не перевищує 2,04%.

**Відносна похибка кольоровості зразку білого цукру за результатами вимірювань на колориметрах ЦУ ТЕП-С та ЦУТЕП-СМ**

*Таблиця 1*

| **№ вимір.** | **Найменування** | **Кольоровість, од. ICUMSA** | **Відносна похибка, %** | |
|---|---|---|---|---|
| | | | **ЦУ ТЕП-С** | **ЦУ ТЕП-СМ** |
| 1 | Цукор рафінований, вищої якості (Німеччина) | 35,36 | 4,11 | -1,65 |
| 2 | | | -1,06 | -1,93 |
| 3 | | | -1,06 | -0,51 |
| 4 | | | -0,52 | 0,34 |
| 5 | | | 1,39 | 0,34 |
| 6 | | | -1,33 | 0,62 |
| 7 | | | 4,39 | 0,91 |
| 8 | | | -4,60 | 1,48 |
| 9 | | | -1,88 | 2,04 |
| 10 | | | 0,57 | -1,65 |
| **СКВ, %** | | | **2,36** | **1,24** |

Аналогічні порівняльні вимірювання і розрахунки відносної похибки та СКВ проводились для 18 зразків білого цукру з межами значень кольоровості 35,4-150,5 од. ICUMSA (0,20-1,31 од. Штаммера). Значення розмірів кристалів у зразках цукру змінювались в межах 0,2-2,0 мм.

Отримані результати доводять, що значне покращення освітлення зразку кристалічного білого цукру за рахунок застосування рівномірного розсіюючого екрану при оптимізації кількості світлодіодів забезпечує збільшення стабільності вимірювання показника кольоровості цукру удвічі та, відповідно, знижує розбіжність між результатами паралельних вимірювань.

Для підвищення точності визначення кольоровості білого цукру експрес-методом були проведені дослідження абсолютної похибки при вимірюванні кольоровості зразків цукру окремо для I-III категорій та IV категорії. Вимірювали кольоровість 20 зразків кристалічного білого цукру. З них 10 зразків цукру мали кольоровість менше 104 од. ICUMSA, кольоровість інших 10 – ти зразків цукру перевищувала це значення. Дослідження кольоровості одних і тих же зразків білого цукру виконували в двох різних лабораторіях при дотриманні однакових температурі повітря - 25°С та вологості – 80%. Результати міжлабораторних досліджень наведені в таблиці 2.

*Таблиця 2*

| ***Показник*** | ***Кольоровість білого цукру*** | |
|---|---|---|
| | ***К<104 од. ICUMSA*** | ***Ц>104 од. ICUMSA*** |
| Кількість зразків | 10 | 10 |
| Кількість вимірювань | 10 | 10 |
| СКВ повторюваності, од.. ICUMSA | 0,589 | 1,687 |
| СКВ відтворюваності, од.. ICUMSA | 2,085 | 3,123 |

Результати вимірювання кольоровості двох зразків білого цукру та розрахунок абсолютної похибки визначення в двох різних лабораторіях представлені в таблиці 3.

*Таблиця 3*

| № п/п | Кольоровість, од.ICUMSA | Абсолютна похибка Δ, од. ICUMSA | Кольоровість, од.ICUMSA | Абсолютна похибка Δ, од. ICUMSA |
|---|---|---|---|---|

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| ***Лабораторія № 1*** | | | | |
| | ***Зразок 1*** | | ***Зразок 2*** | |
| 1 | 25,1 | -1,3 | 119,1 | 7,8 |
| 2 | 25,4 | -1,6 | 124,6 | 2,3 |
| 3 | 22,0 | -1,8 | 133,5 | -6,6 |
| 4 | 25,5 | -1,7 | 126,2 | 0,7 |
| 5 | 21,8 | 2,0 | 124,4 | 2,5 |
| 6 | 25,3 | -1,5 | 132,2 | -5,3 |
| 7 | 20,5 | 3,3 | 133,6 | -6,7 |
| 8 | 25,5 | -1,7 | 126,2 | 0,7 |
| 9 | 22,2 | 1,6 | 124,7 | 2,2 |
| 10 | 24,5 | -0,7 | 124,5 | 2,4 |
| ***Среднє значення кольоровості*** | ***23,8*** | ***-*** | ***126,9*** | - |
| ***СКВ*** | ***0,643*** | ***-*** | ***1,573*** | ***-*** |
| ***Лабораторія № 2*** | | | | |
| | ***Зразок 1*** | | ***Зразок 2*** | |
| 1 | 21,7 | -0,1 | 129,9 | -2,1 |
| 2 | 20,9 | 0,7 | 128,3 | -0,5 |
| 3 | 23,0 | -1,4 | 126,8 | 1,0 |
| 4 | 22,9 | -1,3 | 125,0 | 2,8 |
| 5 | 20,0 | 1,6 | 135,5 | -7,7 |
| 6 | 21,0 | 0,6 | 122,2 | 5,6 |
| 7 | 23,3 | -1,7 | 130,8 | -3,0 |
| 8 | 19,5 | 2,1 | 129,8 | -2,0 |
| 9 | 22,6 | -1,0 | 124,0 | 3,8 |
| 10 | 20,8 | 0,8 | 125,4 | 2,4 |
| ***Среднє значення кольоровості*** | ***21,6*** | - | ***127,8*** | - |
| ***СКВ*** | ***0,445*** | - | ***1,302*** | - |

Одержані результати показали, що для цукру I-III категорій абсолютна похибка при вимірювання кольоровості не перевищує 3,3 од. ICUMSA, для цукру IV категорії – 7,8 (табл.3). Середньо-квадратичне відхилення повторюваності при визначенні кольоровості цукру I-III категорій становить 0,589; СКВ відтворюваності – 2,085. Відповідно, ці показники для цукру IV категорії становлять – 1,687 і 3,123. Відносна похибка вимірювання кольоровості білого цукру експрес-методу на модернізованому колориметрі ЦУ ТЕП-СМ не перевищує 10 %, що відповідає вимогам ДСТУ 12572-93.

За результатами проведених досліджень розроблене програмне забезпечення для приладу ЦУ ТЕП-СМ, яке передбачає розділення шкали для визначення кольоровості на два діапазони: для цукру з кольоровістю К<104 од. ICUMSA (цукор I-III категорій) та К>104 од. ICUMSA (цукор IV категорії ). При цьому похибка визначення кольоровості білого цукру експрес – методом зменшується для цукру I-III категорій на 2- 3%, для цукру IV категорії – на 3-5%.

Коефіцієнти кореляції залежностей значень кольоровості, визначених експрес-методом від відповідних значень кольоровості, визначених стандартним методом для цукру I-III категорій становлять 0,98 (рис.2) ; для цукру IV категорії – 0,79.

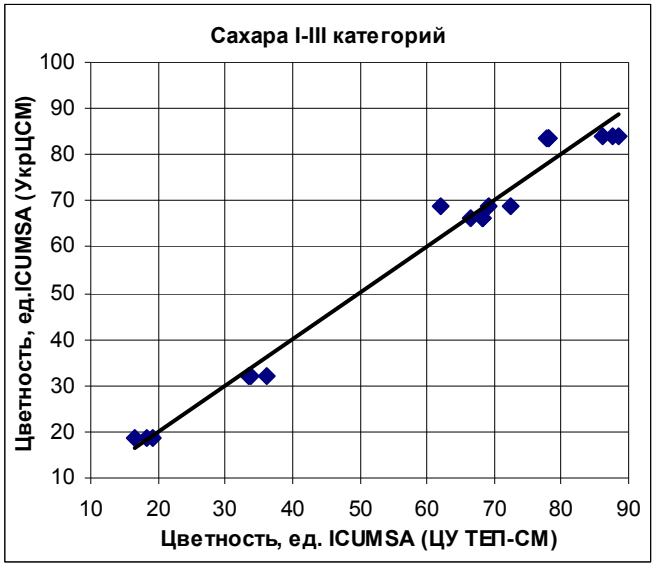


Рис.2 Кореляційна залежність

Таким чином, нова модифікація колориметра ЦУ ТЕП-СМ дозволяє удосконалити експрес-метод визначення кольоровості кристалічного білого цукру без розбавлення. Модернізований прилад забезпечує оперативне, без пробопідготовки визначення кольоровості білого цукру з похибкою, що не перевищує вимоги ДСТУ 12572-93; дозволяє вдвічі збільшити стабільність вимірювання кольоровості за рахунок застосування рівномірно-розсіюючого екрану при оптимізації кількості світлодіодів; знизити похибку визначення кольоровості цукру за рахунок підвищення точності контролю кольоровості в окремих діапазонах шкали.

Модернізований колориметр ЦУ ТЕП-СМ зручний і простий в експлуатації, відрізняється від зарубіжних аналогів низькою вартістю, внесений в Держреєстр України та Російської Федерації.

Література:

1. Чернявская Л. И., Адамович В. П., Зотова Ю. А. Сахар. Методы определения показателей качества. - Киев 2007.

2. Експрес-метод поточного контролю кольоровості кристалічного цукру-піску/В. В. Платонов, Л.І. Дадеко, А.В. Ковальчук та ін..//Цукор Укріни. – 2005, №5(43).-с.33-38.

3. ДСТУ 12572-93 «Цукор-пісок і цукор – рафінад. Методи визначення кольоровості».

4. ДСТУ 4623:2006 «Цукор білий. Технічні умови».