

Stanovení koncentrace cukru infračervenou spektroskopií

MEASUREMENT OF SUCROSE CONCENTRATION BY INFRARED SPECTROSCOPY

Stanisław Brzeziński, Marek Ludwicki – Politechnika Łódzka, Łódź, Polsko

Jedním ze základních rozborů ve většině potravinářských technologií včetně cukrovarnické je analýza obsahu sušiny. Určení sušiny cukerných roztoků usnadňuje technologické procesy a výrobní kontrolu. Stanovení sušiny přímou metodou, tzn. sušením známého množství vzorku do konstantní hmotnosti, je využíváno jen laboratorně. Je totiž zdlouhavé, pracné a ne vždy přesné. Mnohem jednodušší, rychlejší a vhodné pro automatizované řízení jsou nepřímé metody, které vycházejí z měření fyzikální veličiny, jejíž hodnota je úměrná koncentraci sušiny.

Existuje mnoho metod vhodných k nepřímému stanovení koncentrace sušiny (1–8). V průmyslových podmínkách bývají používána následující zařízení: refraktometry, váhy, areometrické, hydrostatické, inerciální a radioizotopové hustoměry a hmotnostní průtokoměry. V moderní cukrovarnické technologii jsou nejvhodnější refraktometry a hydrostatické hustoměry s membránovými převodníky a rovněž areometry, jsou-li měření prováděna u hustých médií (těžká šťáva, klér). Pro řídké roztoky (jako např. lehká šťáva) areometry a hydrostatické hustoměry jsou rovněž vhodné, ale, aby bylo dosaženo požadované přesnosti, měl by být použit vysoký sloupec tekutiny. Radioizotopové hustoměry, které jsou v cukrovařech stále využívány, jsou již méně populární, nejmodernější hmotnostní průtokoměry se příliš nerozšířily z cenových důvodů a kvůli citlivosti na přítomnost sedimentů testované tekutiny (9).

V poslední době se také využívá NIR analýza ke stanovení polarizace cukerných roztoků. (10). Tato metoda byla zahrnuta jako přechodná metoda ICUMSA (11). Je zvažován postup

k určení polarizace roztoků surového cukru – bez nutného čtení. Tato problematika je velmi důležitá, protože žádný z cukerných rozborů se neprovádí tak často, jako stanovení polarizace roztoků surového cukru, které je podkladem pro finanční platby při světovém obchodu s cukrem.

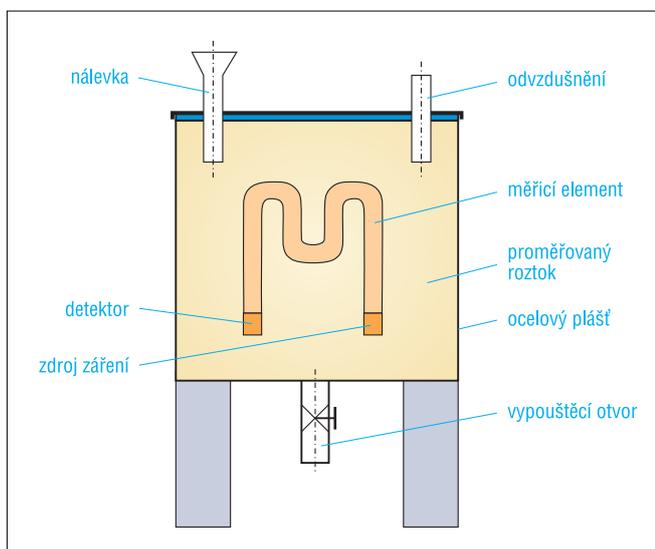
Z předloženého literárního přehledu vyplývá, že nejvhodnějším měřením obsahu sušiny v roztocích jsou nepřímé metody. V článku proto informujeme o využití infračervené (IR) spektroskopie ke stanovení koncentrace cukerných roztoků.

Experimentální část

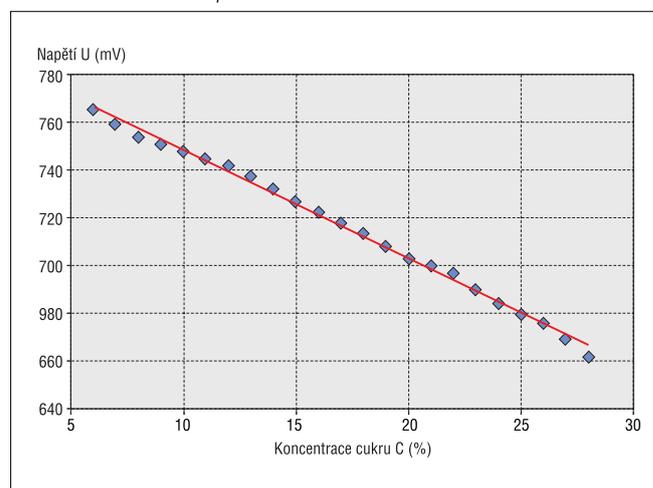
Aby mohla být určena použitelnost IR spektroskopie k měření koncentrace cukerných roztoků, byla navržena a zkonstruována experimentální sestava. Skládala se z měřicího čidla a elektronického měřicího systému.

Měřicí čidlo bylo složeno ze dvou optických vlnodů z metylakrylátové desky vysoké 3 mm, široké 10 mm a dlouhé 50 mm, zatočené, jak ukazuje obr. 1. Na jedné straně optického vlnovodu byl namontován zdroj infračerveného záření (diody emitující IR záření s vlnovou délkou 900 nm), na druhé straně byly křemíkové fotodetektory. Z konstrukčních důvodů tyto fotodetektory a zdroje IR záření byly namontovány v úhlu 45° k optickému povrchu vlnovodu. Optický vlnod byl umístěn v komůrce s destilovanou vodou a druhý v paralelní komůrce naplněné testovaným roztokem. IR diody byly připojeny k napájení, které zaručovalo stabilní proud přes tyto zdroje IR záření. Napětí z fotodetektorů (úměrné množství přijatého

Obr. 1. Sestava IR čidla



Obr. 2. Závislost napětí na koncentraci cukru



Tab. I. Vliv obsahu invertního cukru v cukerných roztocích o různé koncentraci na napětí U

Č.	Invertní cukr (%)	Koncentrace cukerného roztoku (%)			
		10	15	20	25
		Napětí U (mV)			
1	0,0	744	729	705	684
2	0,1	741	728	703	681
3	0,2	742	727	704	682
4	0,3	743	728	704	683
5	0,4	741	726	705	681

Tab. II. Porovnání směrodatné odchytky, průměrné hodnoty napětí a variačního koeficientu v cukerných roztocích o různé koncentraci

Koncentrace roztoku C (%)	Směrodatná odchytka S	Průměrné napětí U (mV)	Variační koeficient V (%)
10	1,378	742,5	0,186
15	1,414	728,0	0,194
20	1,049	704,5	0,149
25	1,211	682,3	0,178

Tab. III. Výsledky měření napětí U v roztocích cukerných barviv při různých koncentracích a absorbanci

Koncentrace cukru (%)	Absorbance (λ = 560 nm)				
	0,1	0,2	0,3	0,5	0,7
	Napětí U (mV)				
6	762	761	760	762	763
10	744	743	742	741	743
20	702	699	702	700	701

Tab. IV. Porovnání směrodatné odchytky, průměrné hodnoty napětí a variačního koeficientu v cukerných roztocích o různé koncentraci

Koncentrace roztoku C (%)	Směrodatná odchytka S	Průměrné napětí U (mV)	Variační koeficient V (%)
6	1,140	761,6	0,150
10	1,141	742,6	0,154
20	1,304	700,8	0,186

IR záření) bylo měřeno digitálním voltmetrem. Čidlo jako celek bylo umístěno v uzavřeném plášti, který omezoval účinek změn teploty na výsledky měření.

Nejprve byla určena charakteristika IR čidla, tedy závislost napětí U vykázaného digitálním voltmetrem na koncentraci cukerného roztoku. K tomuto účelu byly předem připraveny modelové vodné roztoky cukru v koncentračním rozsahu 6 až 28 % hm., s intervalem 1 %. Výsledky měření ukazuje obr. 2. Z naměřených hodnot byla vypočtena regresní rovnice:

$$U = -4,5336 C + 793,68$$

a korelační koeficient R pro tuto závislost měl hodnotu 0,998.

Na základě těchto výsledků byl tedy učiněn závěr, že závislost napětí U a koncentrace C je lineární. To bylo potvrzeno hodnotou korelačního koeficientu R, který dosahoval téměř hodnoty 1.

V další etapě pokusů byl zkoumán vliv obsahu invertního cukru na výstupní napětí U. Byly použity cukerné roztoky o koncentraci 10, 15, 20 a 25 % s obsahem invertního cukru od 0 do 0,5 % hm., s intervalem 0,1 %. Výsledky měření jsou shrnuty do tab. I.

K identifikaci vlivu obsahu invertního cukru v cukerných roztocích na napětí U byly vypočteny variační koeficienty V podle rovnice:

$$V = \frac{S}{U} \cdot 100 \quad (\%),$$

kde: S – směrodatná odchytky,
U – průměrná hodnota napětí.

Výsledky výpočtů jsou shrnuty v tab. II. Ve všech případech byly vypočtené variační koeficienty V velmi malé (pod 0,2 %). Lze tedy učinit závěr, že invertní cukr má ve zkoumaném rozsahu koncentrací velmi malý efekt na sledované napětí.

Dále byl analyzován vliv barvy na IR spektroskopické měření. Byly používány cukerné roztoky o koncentraci 6, 10 a 20 % hm. s různým přídatkem barviv. Jako barviva byly použity vodné roztoky melasy a bílého cukru. Koncentrace těchto barvicích roztoků měly stejnou koncentraci jako analyzovaný roztok. Absorbance, která byla měřena při vlnové délce 560 nm, byla 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 a 0,7. Výsledky měření jsou uvedeny v tab. III.

Podobně jako v případě invertního cukru byl vypočten variační koeficient k posouzení vlivu barevných látek na testované napětí U v cukerných roztocích. Výsledky výpočtů jsou shrnuty do tab. IV.

Rovněž v tomto případě byly hodnoty variačního koeficientu pod 0,2 %. Vliv barviv (v testovaném rozsahu koncentrací) na sledované napětí byl malý.

Závěry

Z výsledků experimentů lze učinit následující závěry:

- Závislost výstupního napětí měřicího systému na koncentraci cukru je v rozmezí koncentrací 6 až 28 % lineární, s vysokou hodnotou korelačního koeficientu.
- Změna koncentrace invertu v testovaném rozmezí 0 až 0,5 % neměla vliv na výsledky měření.
- Barviva v roztoku měla velmi slabý vliv na sledované napětí.
- Výsledky zkoumání mohou být využity k návrhu IR analyzátoru ke stanovení koncentrace cukru.

Souhrn

Bylo zkoumáno použití metody infračervené spektroskopie k měření obsahu cukru v rozmezí 6 až 20 % suš. Výsledky ukázaly lineární závislost mezi obsahem cukru a absorbancí s korelačním koeficientem blízkým 1. Byl rovněž analyzován vliv barviv a invertního cukru v měřených roztocích na výsledky stanovení.

Přeložil Evžen Šárka

Literatura

- BRZEZIŃSKI S., PAŁKA A.: Szybka metoda określenia wilgotności cukru krystalicznego. *Gaz. cukrown.*, 1993 (3), s. 41.
- BRZEZIŃSKI S., PAŁKA A.: Periodic and continuous measurement of water content of Potato Starch. *Drying Technol.*, 1994 (5), s. 1131.
- GRABKA J., BRZEZIŃSKI S., PAŁKA A.: Wykorzystanie metody dielektrycznej do pomiaru wilgotności mas czekoladowych. *Zeszyty Naukowe PL Chemia Spożywcza i Biotechnologia*, 2000 (832), s. 31.
- GRABKA J., BRZEZIŃSKI S., PAŁKA A.: Wykorzystanie metody dielektrycznej do określenia wilgotności wyśrodków suszonych. *Gaz. cukrown.*, 2001 (5), s. 85.
- GRABKA J., BRZEZIŃSKI S., PAŁKA A.: Continuous and periodic measurement of water content in dried pulp. *Int. Sugar J.*, 2004 (1262) s. 74.
- HINBZ T. ET AL.: Development of a microwave moisture sensor for application in the food industry. *Lebensm. Wiss. Technol.*, 1996 (4), s. 316.
- ISENGARD H. D.: Rapid water determination in food stuffs. *Trends Food Sci. Technol.*, 1995 (5), s. 155.
- LUDWICKI M., BRZEZIŃSKI S.: Použití konduktometrie při měření koncentrace vápenného mléka. *Listy cukrov. a řep.*, 123, 2007 (5/6), s. 188.
- LUDWICKI M.: Pomiar stężenia suchej substancji. *Nowe Cukrownictwo*, 2001 (2), s. 4.
- DOBRYZYCKI J.: Polaryzacja bez klarowania. *Gaz. cukrown.*, 2001 (11/12), s. 210.
- Method GS1/213-2 (2000). The Determination of the Polarization of Raw Sugar Wet Lead Clarification-Tentative*. ICUMSA, Supplement 2000.

Brzeziński S., Ludwicki M.: Measurement of sucrose concentration by infrared spectroscopy

Application of the infrared spectroscopy method in the measurement of sucrose concentration within the range from 6 to 20% dry matter has been studied. Results obtained showed a linear relationship between sugar concentration and absorbance with correlation coefficient value close to 1. The effect of colored substances and invert sugar present in the measured solutions on results of the measurements has been also analyzed.

Kontaktní adresa – Contact address:

Dr. Inż. Stanisław Brzeziński, Politechnika Łódzka, Wydział Biotechnologii i Nauk o Żywności, Instytut Chemicznej Technologii Żywności, Zakład Cukrownictwa, ul. Stefanowskiego 4/10, 90-924 Łódź, Polska, e-mail: apalka@snack.p.lodz.pl