ГОСТ 12574—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

САХАР-ПЕСОК И САХАР-РАФИНАД

Методы определения золы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским институтом сахарной промышленности (Укр.НИИСП)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 13 декабря 1995 г. № 597 межгосударственный стандарт ГОСТ 12574—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 12574—67

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2012 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1993
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

САХАР-ПЕСОК И САХАР-РАФИНАД

Методы определения золы

Granulated and refined sugar.
Methods of ash determination

Дата введения 1997—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сахар-песок и сахар-рафинад и устанавливает методы определения золы.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12569—99* Сахар. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 12570—98** Сахар. Методы определения влаги и сухих веществ

ГОСТ 24104—2001*** Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические условия

3 Методы отбора проб

3.1 Отбор проб — по ГОСТ 12569.

4 Кондуктометрический метод

Метод, основанный на измерении удельной электрической проводимости сахарных растворов

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г — по ГОСТ 24104.

Кондуктометр, градуированный в единицах электрической проводимости с диапазоном измерения от 0 до 150 μ См/см или в процентах золы.

* Утратил силу на территории РФ, с 01.01.2013 пользоваться ГОСТ Р 54640—2011.

** Утратил силу на территории РФ, с 01.01.2013 пользоваться ГОСТ Р 54642—2011.

*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 (здесь и далее).

Издание официальное

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения ±0,1 °С.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 до 100 °С и ценой деления 0,1 °С — по ГОСТ 28498.

Колба мерная 1(2)-100-2 — по ГОСТ 1770.

Воронка *В*-100-150 *ХС* — по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная марок ФОБ, ФБ, ФС, ФМ — по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

Калий хлористый — по ГОСТ 4234.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже установленных в стандарте.

4.2 Подготовка к испытанию

Перед проведением испытания проверяют правильность показаний кондуктометра с помощью растворов хлористого калия определенной молярной концентрации, электрическая проводимость которого известна. Проверка производится по методам, приложенным к кондуктометру.

4.3 Проведение испытания

Взвешивают 31,3 г сахара с погрешностью ±0,05 г (сахар-рафинад предварительно измельчают в ступке), растворяют небольшими порциями горячей дистиллированной воды, переливают с помощью воронки в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают до температуры (20,0±0,2) °С, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор фильтруют через бумажный беззольный фильтр, первые 10 см^3 фильтрата сливают.

Перед измерением ячейку кондуктометра ополаскивают исследуемым раствором, после чего раствор заливают в ячейку кондуктометра и определяют его удельную электрическую проводимость. Предварительно определяют удельную электрическую проводимость дистиллированной воды. Величина удельной электрической проводимости дистиллированной воды должна быть не более 2,0 μ См/см. При необходимости требуемую величину удельной электрической проводимости воды достигают ее бидистилляцией.

4.4 Обработка результатов

Массовую долю золы X, %, вычисляют по формуле

$$X = 6 \cdot 10^{-4}(\gamma - 0{,}35\ \gamma 1), \qquad (1)$$

где $6 \cdot 10^{-4}$ — поправка на удельную электрическую проводимость золы;

γ — удельная электрическая проводимость исследуемого раствора сахара, μ См/см;

0,35 — поправка на удельную электрическую проводимость воды;

$\gamma 1$ — удельная электрическая проводимость дистиллированной воды, μ См/см.

В кондуктометрах, градуированных в процентах золы, численное значение массовой доли золы выдается непосредственно на табло прибора.

В случае, если определение проводится при температуре, отличной от 20 °С, вводится поправка на температуру (приложение А, Б).

Значение поправки на температуру вычитается из значения, полученного при испытании пробы, если температура выше 20 °С, и прибавляется, если температура ниже 20 °С.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,003 %.

5 Сульфатный метод

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

5.1 Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г — по ГОСТ 24104.

Чашка платиновая плоскодонная 4(5) — по ГОСТ 6563.

Тигель фарфоровый низкий 5(6) — по ГОСТ 9147.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная.

Щипцы тигельные.

Эксикатор 1—140 (190, 250) — по ГОСТ 25336.

Горелка газовая.

Кислота серная плотностью 1,84 г/см^3 (не содержащая золы) — по ГОСТ 4204.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже установленных в стандарте.

5.2 Проведение испытания

Взвешивают пробу сахара-рафинада в количестве 30 г, сахара-песка — 20 г с погрешностью ±0,05 г. Сахар помещают частями в предварительно прокаленный до постоянной массы, охлажденный в эксикаторе и взвешенный фарфоровый тигель или платиновую чашку, увлажняя каждый раз серной кислотой от 0,5 до 1,0 см^3, медленно подогревая на газовой горелке и обугливая. Всего необходимо от 2,0 до 2,5 см^3 серной кислоты на 10 г сахара.

Затем тигель или чашку помещают в электропечь при температуре (550±25) °С (вишнево-красное каление) и прокаливают до образования бело-серой золы. После прокаливания тигель или чашку охлаждают в эксикаторе. Тигель предварительно покрывают крышкой. В охлажденный тигель или чашку добавляют несколько капель серной кислоты и снова прокаливают при температуре (800±30) °С (белое каление). Зола должна быть бело-розовой или светло-бежевой, без черных частиц.

Тигель или чашку охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью ±0,005 г.

Операции прокаливания, охлаждения и взвешивания (без добавления дополнительно кислоты) повторяются до тех пор, пока разница между двумя взвешиваниями не будет превышать 0,002 г.

Одновременно проводится определение массовой доли влаги — по ГОСТ 12570.

5.3 Обработка результатов

Массовую долю золы X_1, %, вычисляют в пересчете на сухое вещество по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}9 \cdot m \cdot 100}{m_1 \cdot (100 - W)} \cdot 100, \qquad (2)$$

где 0,9 — коэффициент пересчета сернокислой золы на углекислую золу;

m — масса золы, г;

m_1 — масса навески сахара, г;

$\frac{100}{100 - W}$ — коэффициент пересчета на 100 % сухих веществ;

W — массовая доля влаги в сахаре, %.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,007 %.

Допустимая относительная погрешность результата анализа 7 % при доверительной вероятности 0,95.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Поправки на температуру при определении массовой доли золы кондуктометрами, градуированными в единицах электрической проводимости

Таблица А.1

Электрическая проводимость, μ См/см	Отклонение от температуры, °С									
	±0,2	±0,4	±0,6	±0,8	±1,0	±1,2	±1,4	±1,6	±1,8	±2,0
50	0	0	1	1	1	1	1	2	2	2
100	0	1	1	2	2	3	3	3	4	4
150	1	1	2	3	3	4	5	5	6	7
200	1	2	3	3	4	5	6	7	8	9
300	1	3	4	5	7	8	9	11	12	13
350	1	3	5	6	8	9	11	12	14	15
400	2	3	5	7	9	11	12	14	16	18
450	2	3	6	8	10	12	14	16	18	20
550	2	6	7	10	12	14	17	19	22	24
600	3	5	7	11	13	16	18	21	24	26

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Поправки на температуру при определении массовой доли золы кондуктометрами, градуированными в процентах золы

Таблица Б.1

Массовая доля золы, %	Отклонение от температуры, °С									
	±0,5	±1,0	±1,5	±2,0	±2,5	±3,0	±3,5	±4,0	±4,5	±5,0
0,010	0,0001	0,0002	0,0003	0,0004	0,0006	0,0007	0,0008	0,0009	0,0010	0,0011
0,015	0,0002	0,0003	0,0005	0,0007	0,0009	0,0010	0,0012	0,0014	0,0015	0,0017
0,020	0,0002	0,0004	0,0007	0,0009	0,0011	0,0013	0,0016	0,0018	0,0020	0,0022
0,025	0,0003	0,0006	0,0009	0,0011	0,0014	0,0017	0,0020	0,0022	0,0025	0,0028
0,030	0,0004	0,0007	0,0010	0,0013	0,0017	0,0020	0,0023	0,0026	0,0030	0,0033
0,035	0,0005	0,0008	0,0012	0,0016	0,0020	0,0024	0,0027	0,0031	0,0035	0,0039
0,040	0,0005	0,0009	0,0014	0,0018	0,0023	0,0027	0,0031	0,0035	0,0040	0,0044
0,045	0,0006	0,0010	0,0015	0,0020	0,0026	0,0030	0,0035	0,0040	0,0045	0,0049
0,050	0,0006	0,0011	0,0016	0,0022	0,0028	0,0033	0,0039	0,0044	0,0050	0,0055
0,055	0,0007	0,0012	0,0018	0,0024	0,0031	0,0036	0,0043	0,0048	0,0055	0,0060
0,060	0,0007	0,0013	0,0020	0,0026	0,0033	0,0039	0,0046	0,0052	0,0059	0,0065

УДК 664.1:006.354 МКС 67.180.10 Н49 ОКСТУ 9111

Ключевые слова: сахар-песок, сахар-рафинад, зола, кондуктометрический метод, электрическая проводимость, сульфатный метод

gost.e-ecolog.ru