ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52304— 2005

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ

Технические условия

Издание официальное

БЗ 8—2004/106

Москва
ИПК Издательство стандартов
2005

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Задачи, основные принципы и правила проведения работ по государственной стандартизации в Российской Федерации установлены ГОСТ Р 1.0—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Основные положения» и ГОСТ Р 1.2—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Порядок разработки государственных стандартов»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПАКК), Государственным учреждением «Российский научно-исследовательский институт сахарной промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ РНИИСП)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые кислоты, эссенции ароматические пищевые и ароматизаторы, красители пищевые синтетические»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 января 2005 г. № 3-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© ИПК Издательство стандартов, 2005

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 3
4 Требования безопасности 4
5 Требования охраны окружающей среды 4
6 Правила приемки 4
7 Методы контроля 6
8 Транспортирование и хранение 17
Библиография 18

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ

Технические условия

Sugar beet molasses. Specifications

Дата введения — 2005—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на свекловичную мелассу, предназначенную для производства этилового спирта из пищевого сырья, пищевой лимонной кислоты, хлебопекарных, кормовых дрожжей и использования в корм сельскохозяйственным животным.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.247—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Метроштоки для измерения уровня нефтепродуктов в горизонтальных резервуарах. Методика поверки

ГОСТ 8.423—81 Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.3.07—82[1)] Охрана природы. Гидросфера. Правила контроля качества воды водоемов и водотоков

ГОСТ 17.4.3.04—85[1)] Охрана природы. Почвы. Общие требования к контролю и охране от загрязнения

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 84—76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 2053—77 Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3771—74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3885—73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4172—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

[1)] Стандарт действует только на территории Российской Федерации.

Издание официальное

ГОСТ 4236—77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4453—74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия

ГОСТ 5541—2002 Средства укупорочные корковые. Технические условия

ГОСТ 5712—78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 5845—79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

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

ГОСТ 9218—86 Цистерны для пищевых жидкостей, устанавливаемые на автотранспортные средства. Общие технические условия

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10444.12—88 Продукты пищевые. Метод определения дрожжей и плесневых грибов

ГОСТ 10444.15—94 Продукты пищевые. Методы определения количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12575—2001 Сахар. Методы определения редуцирующих веществ

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 23683—89 Парафины нефтяные твердые. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения ртути

ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29329—92 Весы для статического взвешивания. Общие технические требования

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ Р 8.595—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Масса нефти и нефтепродуктов. Общие требования к методикам выполнения измерений

ГОСТ Р 12.3.047—98 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность технологических процессов. Общие требования. Методы контроля

ГОСТ Р 51301—99 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка)

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51659—2000 Вагоны-цистерны магистральных железных дорог колеи 1520 мм. Общие технические условия

ГОСТ Р 51766—2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяют в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Свекловичная меласса должна соответствовать требованиям настоящего стандарта.

3.1.2 Свекловичная меласса является побочным продуктом при переработке сахарной свеклы по технологической инструкции [1] с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных уполномоченным органом в установленном порядке.

3.1.3 Требования к органолептическим показателям свекловичной мелассы должны соответствовать указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика показателя
Внешний вид	Густая сиропообразная непрозрачная жидкость
Цвет	От коричневого до темно-бурого
Запах	Свойственный свекловичной мелассе, без постороннего запаха
Вкус	Сладкий с горьким привкусом

3.1.4 Требования к физико-химическим показателям свекловичной мелассы должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Значение показателя
Массовая доля сухих веществ, %, не менее	75,0
Массовая доля сахара по прямой поляризации, %, не менее	44,0
Массовая доля редуцирующих веществ, %, не более	1,0
Массовая доля суммы сбраживаемых (ферментируемых) сахаров, %, не менее	46,0
Массовая доля солей кальция в пересчете на CaO, %, не более	1,5
pH	От 6,5 до 8,0

3.1.5 Допустимые уровни содержания токсичных элементов, пестицидов и радионуклидов в свекловичной мелассе не должны превышать указанные в таблице 3.

Таблица 3 — Допустимый уровень содержания токсичных элементов, пестицидов и радионуклидов

Наименование показателя	Допустимый уровень, мг/кг (для радионуклидов — Бк/кг), не более
Токсичные элементы: - свинец - мышьяк - кадмий - ртуть	 1,0 1,0 0,2 0,03
Пестициды: - гексахлорциклогексан (α, β, γ-изомеры) ДДТ и его метаболиты	 0,005 0,005
Радионуклиды[1]: - цезий-137 - стронций-90	 140 100
[1] При определении допустимого уровня радионуклидов в свекловичной мелассе расчетное значение показателя соответствия В согласно СанПиН 2.3.2.1078, пункт 13.6 (приложение 13) [2] не более 2.	

3.1.6 Требования к микробиологическим показателям свекловичной мелассы должны соответствовать установленным в СанПиН 2.3.2.1078, индекс 1.9.9.4 [2] и указанным в таблице 4.

Таблица 4 — Микробиологические показатели

Количество мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов (КМАФАнМ), КОЕ/г, не более	Дрожжи, КОЕ/г, не более	Плесени, КОЕ/г, не более
$1 \cdot 10^4$	50	50

3.2 Упаковка

Свекловичную мелассу наливают в железнодорожные цистерны по ГОСТ Р 51659 и автоцистерны для пищевых жидкостей по ГОСТ 9218.

3.3 Маркировка по ГОСТ 14192

3.3.1 На каждой цистерне масляной краской должен быть нанесен трафарет с указанием ее вместимости и массы.

3.3.2 Для каждой цистерны товарно-транспортная накладная должна содержать:

- наименование и местонахождение изготовителя;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- наименование и местонахождение поставщика;
- наименование и местонахождение получателя;
- наименование продукции;
- номер цистерны;
- номер партии;
- дату изготовления;
- дату отгрузки;
- массу нетто цистерны, кг;
- массу брутто цистерны, кг (при отсутствии железнодорожных весов уровень налива свекловичной мелассы и ее плотность при температуре 20 °С);
- обозначение настоящего стандарта;
- срок хранения.

4 Требования безопасности

4.1 Свекловичная меласса негорюча, невзрывоопасна, нетоксична.

4.2 По степени воздействия на организм человека свекловичная меласса в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к неопасным веществам — четвертому классу опасности.

4.3 При производстве свекловичной мелассы должны быть соблюдены требования безопасности, изложенные в ГОСТ Р 12.3.047 и в [3].

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 В процессе производства свекловичной мелассы должен быть предусмотрен необходимый комплекс природоохранных мероприятий в соответствии с ГОСТ 17.1.3.07 и ГОСТ 17.4.3.04.

5.2 Сточные воды в производстве свекловичной мелассы должны быть подвергнуты очистке. Очистка сточных вод, водопотребление и водоотведение — в соответствии с требованиями инструкции [4].

5.3 Охрана почвы от загрязнения бытовыми и промышленными отходами должна быть осуществлена в соответствии с требованиями ГОСТ 17.4.3.04.

6 Правила приемки

6.1 Приемка мелассы — в соответствии с требованиями инструкции [5], пункт 4, и инструкций, действующих на предприятиях производства этилового спирта, хлебопекарных кормовых дрожжей и лимонной кислоты.

6.2 Свекловичную мелассу принимают партиями. Партией считают количество однородной по показателям качества свекловичной мелассы массой не более 300 т в одной или нескольких одновременно отгруженных в один адрес цистернах.

6.3 На каждую партию свекловичной мелассы (при отгрузке железнодорожным транспортом — на каждую цистерну, входящую в партию) оформляют удостоверение качества и безопасности.

6.4 В удостоверении качества и безопасности указывают:

- номер удостоверения и дату выдачи;
- наименование и местонахождение изготовителя или поставщика;
- товарный знак изготовителя или поставщика (при наличии);
- наименование и местонахождение получателя;
- наименование продукта;
- номер партии;
- количество и номера цистерн в партии;
- дату изготовления;
- дату отгрузки продукции;
- массу брутто (цистерны), кг;
- массу нетто цистерны, кг;
- результаты испытаний по органолептическим и физико-химическим показателям качества;
- дату проведения испытаний;
- обозначение настоящего стандарта;
- срок хранения;
- условия хранения.

6.5 Удостоверение о качестве и безопасности свекловичной мелассы оформляет изготовитель или организация (предприятие), уполномоченная изготовителем на принятие претензий от потребителя (далее — поставщик).

6.6 Для проверки соответствия качества свекловичной мелассы требованиям настоящего стандарта проводят выборку от партии (мгновенные пробы) в количествах:

- если массу свекловичной мелассы определяют взвешиванием — 0,5 кг мелассы от каждых 10 т мелассы при наливе (сливе) железнодорожных цистерн и 0,5 кг мелассы от каждых 5 т мелассы при наливе (сливе) автомобильных цистерн. Отбор проб проводят в начале налива (слива), в середине и в конце;
- если массу свекловичной мелассы определяют объемно-статическим методом по ГОСТ Р 8.595 — 0,5 кг мелассы из каждой цистерны, отобранной пробоотборником с трех уровней.

6.7 Контроль качества свекловичной мелассы по органолептическим и физико-химическим показателям осуществляют путем испытаний суммарной пробы, составленной для каждой партии продукции из мгновенных проб.

6.8 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей качества по нему проводят повторные испытания удвоенного объема суммарной пробы, отобранной от той же партии продукции.

Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

При получении неудовлетворительных результатов повторных испытаний хотя бы по одному показателю решение о приемке партии принимает заказчик совместно с изготовителем или поставщиком.

6.9 Контроль микробиологических показателей каждой партии мелассы осуществляют изготовитель и получатель (на стадии входного контроля и в процессе хранения) в программе производственного контроля, утвержденной уполномоченными территориальными органами в установленном порядке.

6.10 Периодичность производственного контроля, в том числе по показателям безопасности, устанавливает изготовитель в программе производственного контроля, утвержденной территориальными уполномоченными органами в установленном порядке.

6.11 Окончательное заключение о пригодности свекловичной мелассы для отгрузки изготовителям лимонной кислоты и хлебопекарных дрожжей может быть дано только на основании биотехнологического тестирования, выполняемого в лабораторных условиях изготовителем лимонной кислоты, хлебопекарных дрожжей, а также организациями, уполномоченными изготовителями лимонной кислоты или хлебопекарных дрожжей на проведение биотехнологического тестирования.

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

7.1.1 Суммарную пробу свекловичной мелассы составляют из мгновенных проб, отбираемых из каждой цистерны в начале, середине и конце налива (слива). Масса мгновенной пробы — не менее 0,5 кг.

В зимнее время, в случае подогрева свекловичной мелассы, пробы отбирают пробоотборником непосредственно из цистерны до подогрева. Отобранные мгновенные пробы сливают в одну емкость, тщательно перемешивают, не допуская образования пены, а из полученной пробы составляют суммарную пробу массой не менее 1,5 кг.

7.1.2 Суммарную пробу перемешивают и делят на равные лабораторные пробы массой не менее 0,5 кг: одна поступает в лабораторию, из которой отбирают пробы для анализа, две другие хранят на случай возникновения разногласий в оценке качества свекловичной мелассы между потребителем и изготовителем.

7.1.3 Пробы помещают в чистую стеклянную тару, обеспечивающую герметичность упаковки, по ГОСТ 3885.

Пробы, отобранные на случай разногласий в оценке качества свекловичной мелассы, должны быть плотно укупорены корковыми пробками, залиты парафином по ГОСТ 23683 и опломбированы. Пробы хранят в защищенном от света месте при температуре не выше 25 °С в течение двух месяцев, а при возникновении разногласий — до их устранения.

7.1.4 На стеклянную тару с пробами, направленными на хранение, должны быть наклеены этикетки с указанием:

- наименования продукции;
- наименования изготовителя и его местонахождения;
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- наименования и местонахождения получателя;
- массы партии, кг;
- номера партии;
- обозначения настоящего стандарта;
- даты изготовления;
- даты и способы налива (слива) мелассы;
- результатов анализа и подписей лиц, проводивших анализ.

7.1.5 Подготовка проб к анализу для определения токсичных элементов — по ГОСТ 26929 и [6].

7.1.6 Подготовка проб к анализу для определения пестицидов — по [7], [8].

7.2 Определение массы нетто свекловичной мелассы, загруженной в цистерны

7.2.1 Средства измерений

Весы для статического взвешивания по ГОСТ 29329.

Метрошток по ГОСТ 8.247.

Ареометр по ГОСТ 18481.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

7.2.2 Проведение измерений

Массу нетто свекловичной мелассы определяют как разность результатов взвешивания массы брутто каждой цистерны и массы цистерны после слива мелассы. Результаты записывают до целого числа.

7.2.3 Массу свекловичной мелассы при отсутствии железнодорожных весов определяют объемно-статическим методом по ГОСТ Р 8.595.

7.3 Определение внешнего вида и цвета

Метод заключается в визуальном определении внешнего вида и цвета свекловичной мелассы при рассеянном дневном освещении или при свете люминесцентных ламп типа ЛД по ГОСТ 6825.

7.3.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.3.2 Проведение испытания

Свекловичную мелассу наливают в химический стакан В(Н)-1-100 по ГОСТ 25336 и рассматривают при рассеянном дневном освещении или при свете люминесцентных ламп типа ЛД по ГОСТ 6825. Визуально показатели должны соответствовать требованиям таблицы 1.

7.4 Определение вкуса

Метод заключается в определении вкуса раствора свекловичной мелассы органолептически.

7.4.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

Стаканы химические стеклянные В(Н)-1-100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.4.3 Проведение испытания

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 $см^3$ взвешивают с точностью до второго десятичного знака 25,00 г свекловичной мелассы и растворяют в 75—80 $см^3$ дистиллированной воды, отмеренной цилиндром вместимостью 100 $см^3$.

Вкус пробы полученного раствора должен быть сладким с горьким привкусом.

7.5 Определение запаха

Метод заключается в определении запаха свекловичной мелассы органолептически.

7.5.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Банка стеклянная БО-1 вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 3885.

Стеклянную банку с притертой пробкой наполняют на $^3/_4$ ее объема свекловичной мелассой. Банку с содержимым закрывают пробкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре 18 °С — 22 °С. Запах определяют на уровне края банки после ее открытия. При этом запах содержимого должен соответствовать запаху свекловичной мелассы согласно таблице 1.

7.6 Определение массовой доли сухих веществ

Метод заключается в определении массовой доли видимых сухих веществ в свекловичной мелассе по измерению ее показателя преломления в проходящем или отраженном свете.

7.6.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.6.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

Рефрактометр с пределом измерения сухих веществ (по сахарозе) от 0 % до 84 %, ценой деления 0,2 %, пределом допускаемой погрешности ± 0,2 % или рефрактометр с пределом измерения сухих веществ (по сахарозе) от 0 % до 95 %, ценой деления 0,1 %, пределом допускаемой погрешности ± 0,1 %.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Стакан химический стеклянный В(Н)-1-100 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.

Колба мерная 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение сосудов для разбавления сахарных продуктов в соотношении 1:1.

7.6.3 Проведение испытания

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 $см^3$ взвешивают с точностью до второго десятичного знака 52,00 г свекловичной мелассы и растворяют в 30—50 $см^3$ горячей дистиллированной воды. После охлаждения до 19 °С — 21 °С массу раствора количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор тщательно перемешивают вращением колбы и определяют массовую долю сухих веществ с помощью рефрактометра, поместив на призму рефрактометра две-три капли раствора. Измерение проводят при температуре 19 °С — 21 °С в соответствии с паспортом прибора.

Отсчет ведут по шкале, градуированной в единицах массовой доли сахарозы.

7.6.4 Обработка результатов измерения

Результат измерения на рефрактометре массовой доли сухих веществ, в процентах, равный удвоенному показанию шкалы прибора, градуированной в единицах массовой доли сахарозы, записывают с точностью до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,2 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,3 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли сухих веществ ± 0,2 % при доверительной вероятности 95 %.

7.7 Определение массовой доли сбраживаемых (ферментируемых) сахаров

Общее количество сбраживаемых (ферментируемых) сахаров в свекловичной мелассе вычисляют по данным прямой и инверсионной поляризации и результатам определения редуцирующих веществ.

7.7.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г и не более ± 0,0001 г.

Сахариметр с кварцевым компенсационным клином или вращающимся компенсатором с международной сахарной шкалой, оснащенной монохроматическим источником света, с пределом измерения от минус 40 °Z до плюс 120 °Z (сахарных градусов) или автоматический поляриметр с допустимой основной погрешностью ±0,5 °Z.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С, ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер по ГОСТ 8.423.

Пробки корковые по ГОСТ 5541.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Стаканы химические стеклянные В(Н)-1-100 (500, 1000) по ГОСТ 25336.

Колба П-1-100-19/26 ТС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1-50(100, 200, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные оплавленные.

Пипетки 2а-2-1-10(30, 50) по ГОСТ 29227.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Банка БО-1 вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 3885.

Бюретка стеклянная 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Баня водяная.

Свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236, х.ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771, х.ч.

Натрий сернистокислый кислый по [9].

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х.ч.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х.ч.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, х.ч.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84, х.ч.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 11773, х.ч.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, х.ч.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч.

Йод по ГОСТ 4159, х.ч.

Натрий серноватистокислый 5-водный по ГОСТ 27068, х.ч.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Квасцы железоаммонийные по [10].

Эфир этиловый по ГОСТ 22300, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453.

Для приготовления реактивов допускается использование стандарт-титров.

При приготовлении растворов реактивов должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

7.7.3 Приготовление реактивов

7.7.3.1 Приготовление растворов реактива Герлеса

Реактив Герлеса состоит из двух растворов: раствора Герлеса 1 с массовой долей азотнокислого свинца 34 % и раствора Герлеса 2 с массовой долей гидроокиси натрия 3,2 %.

Для приготовления раствора Герлеса 1 в предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 500 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 340,00 г азотнокислого свинца ($Pb(NO_3)_2$), растворяют в дистиллированной воде, затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Для приготовления раствора Герлеса 2 в предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 500 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 32,00 г гидроокиси натрия (NaOH), растворяют в дистиллированной воде, затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Растворы Герлеса 1 и 2 хранят в посуде из темного стекла не более месяца.

7.7.3.2 Приготовление раствора реактива Оффнера — по 5.2.3 ГОСТ 12575.

7.7.3.3 Приготовление реактива Мюллера — по 4.2.4 ГОСТ 12575.

7.7.3.4 Приготовление раствора йода молярной концентрации c (1/2 I_2) = 0,0323 моль/дм^3 — по 5.2.5 ГОСТ 12575.

Для определения можно использовать раствор йода молярной концентрации c (1/2 I_2) = = 0,05 моль/дм^3, приготовленный из фиксанала. Коэффициент пересчета в этом случае составляет 1,55.

Раствор йода хранят в темном месте в темной склянке с пришлифованной пробкой.

7.7.3.5 Приготовление раствора йода молярной концентрации c (1/2 I_2) = 0,0333 моль/дм^3 — по 4.2.6 ГОСТ 12575.

7.7.3.6 Приготовление раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации c (1/2 $Na_2S_2O_3$) = 0,0323 моль/дм^3 — по 5.2.8 ГОСТ 12575.

Для определения можно использовать раствор серноватистокислого натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,05 моль/дм^3, приготовленный из фиксанала (в случае использования раствора йода молярной концентрации c (1/2 I_2) = 0,05 моль/дм^3).

7.7.3.7 Приготовление раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации c (1/2 $Na_2S_2O_3$) = 0,0333 моль/дм^3 — по 4.2.8 ГОСТ 12575.

7.7.3.8 Приготовление раствора бихромата калия (двухромовокислого калия) молярной концентрации c ($K_2Cr_2O_7$) = 0,0323 моль/дм^3 — по 5.2.7 ГОСТ 12575.

7.7.3.9 Приготовление раствора бихромата калия (двухромовокислого калия) молярной концентрации c ($K_2Cr_2O_7$) = 0,0333 моль/дм^3 — по 4.2.9 ГОСТ 12575.

7.7.3.10 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 — по 5.2.4 ГОСТ 12575.

7.7.3.11 Приготовление раствора уксусной кислоты молярной концентрации c (CH_3COOH) = = 5 моль/дм^3 — по 4.2.3 ГОСТ 12575.

7.7.3.12 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 1 моль/дм^3 — по 5.2.6 ГОСТ 12575.

7.7.3.13 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1 % — по 5.2.9 ГОСТ 12575.

7.7.4 Определение массовой доли сахара по прямой поляризации

Метод заключается в измерении поляризации света в растворах сахарозы.

7.7.4.1 Проведение испытания

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 52,00 г свекловичной мелассы и количественно переносят теплой водой в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Раствор охлаждают до 19 °С — 21 °С. Осветление проводят следующим образом: в колбу добавляют 10 см^3 раствора азотнокислого свинца (раствор 1), перемешивают вращением колбы и добавляют 10 см^3 раствора гидроокиси натрия (раствор 2), раствор перемешивают вращательным движением в течение 2—3 мин. Эту операцию повторяют три раза. Объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки, образующуюся при этом пену гасят несколькими каплями этилового эфира. Содержимое колбы взбалтывают и фильтруют через бумажный фильтр в сухую колбу (фильтрат 1), при этом первые капли фильтрата выбрасывают.

Для удаления избытка азотнокислого свинца к фильтрату 1 прибавляют однозамещенный фосфорнокислый аммоний из расчета 1,35 г на 100 см^3 фильтрата. Содержимое колбы взбалтывают и после

образования белого осадка в колбу добавляют сернистокислый натрий из расчета 0,20 г на 100 см^3 фильтрата.

Содержимое колбы перемешивают вращением и фильтруют через бумажный фильтр в сухую колбу (фильтрат 2). Фильтрат 2 поляризуют на сахариметре в трубке длиной 200 мм точно при 20 °С. Целесообразно для этих целей использовать поляриметрическую трубку с кожухом, через который пропускают воду температурой 20 °С. Отсчет показаний прибора ведут по положительной шкале в соответствии с паспортом прибора.

7.7.4.2 Обработка результатов измерения

Массовую долю сахаров по прямой поляризации P, %, вычисляют по формулам:

- при использовании сахариметров с клиновой компенсацией

$$P = P_t\,[1 + 0{,}000611\ (t - 20)]; \qquad (1)$$

- при использовании сахариметров с вращающимся компенсатором

$$P = P_t\,[1 + 0{,}000467\ (t - 20)], \qquad (2)$$

где P_t — среднеарифметическое значение отсчетов по шкале сахариметра при температуре измерения, %;

t — температура раствора при измерении, °С;

0,000611 и 0,000467 — коэффициенты соответственно для поляриметров с клиновой компенсацией и с вращающимся компенсатором, 1/°С.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,6 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 1,2 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли сахаров по прямой поляризации ± 0,6 % при доверительной вероятности 95 %.

7.7.5 Определение массовой доли сахаров по инверсионной поляризации

Метод основан на преобразовании сахарозы под действием ионов водорода в левовращающуюся смесь глюкозы и фруктозы.

7.7.5.1 Проведение испытания

Аликвоту 100 см^3 фильтрата 2 по 7.7.4.1 помещают в колбу вместимостью 200 см^3 и добавляют 30 см^3 плотностью 1,19 г/см^3 соляной кислоты, разбавленной водой в соотношении 1:5. Содержимое колбы перемешивают вращательным движением. Колбу с опущенным в нее термометром помещают на водяную баню, предварительно нагретую до 75 °С — 76 °С. Содержимое колбы в течение 2—3 мин нагревают до 70 °С — 72 °С и поддерживают эту температуру в течение 5 мин. После этого колбу быстро охлаждают под струей воды до 19 °С — 21 °С. Процесс инверсии должен продолжаться не более 10 мин. Термометр ополаскивают водой, при этом промывные воды собирают в колбу. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают, взбалтывая, фильтруют и поляризуют на сахариметре в трубке длиной 200 мм точно при температуре 20 °С. Целесообразно для этих целей использовать поляриметрическую трубку с кожухом, через который пропускают воду температурой 20 °С. Отсчет показаний ведут по отрицательной шкале сахариметра.

7.7.5.2 Обработка результатов измерения

Результат измерения инверсионной поляризации I_c, равный удвоенному значению показания сахариметра, в процентах, записывают с точностью до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,3 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,6 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли сахаров по инверсионной поляризации ± 0,3 % при доверительной вероятности 95 %.

7.7.6 Определение массовой доли редуцирующих веществ

Определение массовой доли редуцирующих веществ допускается с применением раствора реактива Оффнера или раствора реактива Мюллера.

7.7.6.1 Проведение испытания с применением раствора реактива Оффнера

Метод заключается в окислении редуцирующих веществ щелочным раствором соединения меди (II) и определении йодометрическим способом количества образовавшейся закиси меди.

Аликвоту 10 см^3 фильтрата 2 по 7.7.4.1 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А). 10 см^3 раствора А, содержащие 0,26 г свекловичной мелассы, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 дистиллированной воды, 30 см^3 раствора реактива Оффнера и 0,25 г талька. Раствор нагревают до кипения и кипятят на медленном огне в течение 5 мин. По истечении указанного времени раствор быстро охлаждают до 19 °С — 21 °С без взбалтывания во избежание соприкосновения осадка окиси меди с кислородом воздуха.

После кипячения в растворе должно остаться некоторое количество невосстановленной двухвалентной меди, что обнаруживают по синей или сине-зеленой окраске. Красно-бурая окраска раствора указывает на присутствие значительного количества редуцирующих веществ. В этом случае для анализа необходимо взять 5 см^3 раствора А и 25 см^3 дистиллированной воды.

После охлаждения к содержимому добавляют 15 см^3 раствора соляной кислоты и 15 см^3 раствора йода. Колбу закрывают корковой пробкой и помещают на 2 мин в темное место. По истечении указанного времени титруют раствором серноватистокислого натрия, добавляя в конце титрования в качестве индикатора раствор крахмала. При этом цвет раствора изменяется от темно-фиолетового до светло-голубого.

Параллельно проводят контрольный опыт, выполняя все операции, за исключением стадии нагревания и кипячения раствора.

7.7.6.2 Обработка результатов измерения

При вычислении массовой доли редуцирующих веществ принимают, что 1 см^3 раствора йода (0,0323 моль/дм^3) соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

Массовую долю редуцирующих веществ I, %, вычисляют по формуле

$$I = \frac{(V_1K_1 - V_2K_2) - K_3}{m1000} \cdot 100, \qquad (3)$$

где V_1 — избыточное количество раствора йода, израсходованное на испытание, см^3;

V_2 — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов (мг) в граммы (г);

m — количество свекловичной мелассы, взятое для определения (содержащееся в аликвоте раствора А), г;

K_1 и K_2 — поправочные коэффициенты растворов йода и серноватистокислого натрия по 5.2.5 и 5.2.8 ГОСТ 12575;

K_3 — поправка на израсходованное количество раствора йода.

Поправку на израсходованное количество раствора йода K_3 вычисляют по формуле

$$K_3 = \frac{0,1mX}{100}, \qquad (4)$$

где 0,1 — израсходованное количество раствора йода на 1 г сахарозы, см^3/г;

m — масса навески, г;

X — массовая доля сахарозы, %;

100 — коэффициент пересчета.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,01 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,02 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли редуцирующих веществ ± 0,01 % при доверительной вероятности 95 %.

7.7.6.3 Проведение испытания с применением раствора реактива Мюллера — по ГОСТ 12575 и с изменением по следующей методике.

Аликвоту 10 см^3 фильтрата 2 по 7.7.4.1 количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают (раствор А). 10 см^3 раствора А, содержащие 0,26 г свекловичной мелассы, количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, объем доводят дистиллированной водой до 100 см^3, прибавляют 10 см^3 раствора реактива Мюллера, далее — по ГОСТ 12575.

7.7.6.4 Обработка результатов измерения

При вычислении массовой доли редуцирующих веществ принимают, что 1 см^3 раствора йода (0,0333 моль/дм^3) соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

Массовую долю редуцирующих веществ I, %, вычисляют по формуле

$$I = \frac{(V_1K_1 - V_2K_2) - K_3}{m1000} \cdot 100, \qquad (5)$$

где V_1 — количество раствора йода, израсходованное на испытание, см^3;

V_2 — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов (мг) в граммы (г);

m — количество свекловичной мелассы, взятое для определения (содержащееся в аликвоте раствора А), г;

K_1 и K_2 — поправочные коэффициенты растворов йода и серноватистокислого натрия по 4.2.6 и 4.2.8 ГОСТ 12575;

K_3 — сумма поправок на количество раствора йода, израсходованное на: восстановление сахарозы (из расчета 0,2 см^3 на 1 г), определение без нагревания, редуцирующую способность реактива Мюллера.

Сумму поправок на израсходованное количество раствора йода K_3 вычисляют по формуле

$$K_3 = \frac{0{,}2mX}{100} + (V_1K_1 - V_{2М}K_2) + (V_1K_1 - V_{2БН}K_2), \qquad (6)$$

где 0,2 — количество раствора йода, израсходованное на восстановление 1 г сахарозы, см^3/г;

X — массовая доля сахарозы, %;

$V_{2М}$ — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование при контрольном определении, см^3;

$V_{2БН}$ — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование в опыте без нагревания, см^3;

V_1, K_1, K_2 — соответствуют V_1, K_1, K_2 формулы (5).

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,01 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,02 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли редуцирующих веществ ± 0,01 % при доверительной вероятности 95 %.

7.7.7 Массовую долю суммы сбраживаемых (ферментируемых) сахаров ΣS, %, рассчитывают по формуле с учетом результатов определения массовой доли сахаров по прямой и инверсионной поляризации и массовой доли редуцирующих веществ

$$\Sigma S = 0{,}68\ P + 0{,}96\ I_c + 0{,}80\ I, \qquad (7)$$

где P — массовая доля сахаров по прямой поляризации по 7.7.4, %;

I_c — массовая доля сахаров по инверсионной поляризации по 7.7.5, %;

I — массовая доля редуцирующих веществ по 7.7.6, %;

0,68; 0,96; 0,80 — коэффициенты пересчета.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,9 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 1,8 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли суммы сбраживаемых (ферментируемых) сахаров ± 0,9 % при доверительной вероятности 95 %.

7.8 Определение массовой доли кальция в пересчете на CaO

Для определения массовой доли кальция в свекловичной мелассе в пересчете на CaO допускается использовать комплексометрический метод или метод осаждения солей кальция щавелевокислым аммонием.

7.8.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г и не более ± 0,0001 г.

Стаканы химические стеклянные В(Н)1-50(100, 250, 500) ТХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.

Воронки стеклянные В-150(250)-80 по ГОСТ 25336.

Колбы плоскодонные К-2-250-34(40) по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1-100(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Бюретки стеклянные 1-3-2-25-0,1 и 1-3-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Капельницы 3-7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-100(500)-1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2а-2-1-1(5, 10) по ГОСТ 29227.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч., раствор с массовой долей 25 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., раствор с массовой долей 49,9 %.

Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, насыщенный раствор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х.ч., раствор с массовой долей 20 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., раствор молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч., раствор с массовой долей 1 %.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х.ч., раствор молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = = 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий сернистый 9-водный по ГОСТ 2053.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652, х.ч., раствор молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2\ H_2O$) = 0,03571 (1/28) моль/дм^3.

Магний сернокислый 7-водный по технической документации изготовителя, х.ч., раствор молярной концентрации c ($MgSO_4$) = 0,01 моль/дм^3.

Кислотный хромовый синий Т, раствор с массовой долей 0,5 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор с массовой долей 35 %.

При приготовлении растворов реактивов должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

7.8.3 Приготовление реактивов

7.8.3.1 Приготовление насыщенного раствора щавелевокислого аммония ($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)

Для приготовления насыщенного раствора в предварительно взвешенной конической колбе вместимостью 250 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 34,60 г щавелевокислого аммония 1-водного, растворяют в 100 г кипящей дистиллированной воды. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

7.8.3.2 Приготовление раствора уксусной кислоты (CH_3COOH) с массовой долей 49,9 %

Смешивают в конической колбе вместимостью 250 см^3 100 см^3 раствора уксусной кислоты с массовой долей основного вещества 99,8 % и 100 см^3 дистиллированной воды.

7.8.3.3 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации c (1/2 H_2SO_4) = = 0,1 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 разбавляют дистиллированной водой 5,6 см^3 концентрированного раствора серной кислоты с массовой долей основного вещества 95,6 % и после охлаждения объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

7.8.3.4 Приготовление раствора хлористого аммония (NH_4Cl)

Для приготовления раствора в предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 22,00 г хлористого аммония, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

7.8.3.5 Приготовление раствора азотнокислого серебра ($AgNO_3$)

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 1,00 г азотнокислого серебра, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

7.8.3.6 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = = 0,1 моль/дм^3

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 500 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 31,60 г марганцовокислого калия, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Для определения можно использовать раствор марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, приготовленный из фиксанала.

Раствор марганцовокислого калия хранят в темном месте в темной склянке с пришлифованной пробкой.

7.8.3.7 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2\,H_2O$) = = 0,03571 (1/28) моль/дм^3

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 6,70 г трилона Б, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Устанавливают титр по раствору сернокислого магния молярной концентрации c ($MgSO_4$) = = 0,01 моль/дм^3.

7.8.3.8 Приготовление раствора сернокислого магния молярной концентрации c ($MgSO_4$) = = 0,01 моль/дм^3

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до третьего десятичного знака 1,233 г 7-водного сернокислого магния, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Для определения можно использовать раствор сернокислого магния молярной концентрации c ($MgSO_4$) = 0,01 моль/дм^3, приготовленный из фиксанала молярной концентрации c ($MgSO_4$) = = 0,1 моль/дм^3.

7.8.3.9 Приготовление раствора индикатора кислотного хромового синего Т ($ClC_6H_3(OH)N{=}{=}NC_{10}H_3(SO_3Na)_2(OH)_2$) с массовой долей 0,5 %

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 0,50 г индикатора, растворяют в 10 см^3 аммиачного буферного раствора, затем количественно переносят этиловым спиртом с массовой долей 96 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят этиловым спиртом с массовой долей 96 % до метки.

7.8.3.10 Приготовление раствора сернистого натрия (Na_2S)

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 20,00 г сернистого натрия, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

7.8.3.11 Приготовление аммиачного буферного раствора

В предварительно взвешенном стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 20,00 г хлористого аммония, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 500 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25 % и объем доводят дистиллированной водой до метки.

7.8.4 Проведение испытания комплексометрическим методом

Метод основан на реакции образования комплексного соединения кальция с трилоном Б, которое с определенными индикаторами дает окрашенные соединения.

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 1,00 г свекловичной мелассы, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и объем доводят дистиллированной водой до метки. Раствор количественно переносят в колбу вместимостью 250 см^3 и добавляют к нему 5 см^3 аммиачного буферного раствора, 1 см^3 раствора сернистого натрия с массовой долей 2 % и семь-восемь капель индикатора кислотного хромового синего Т. Раствор титруют раствором трилона Б молярной концентрации 0,03571 (1/28) моль/дм^3 до перехода окраски из винно-красной в зеленовато-синюю. Подобным образом проводят испытание без свекловичной мелассы только со 100 см^3 дистиллированной воды.

7.8.4.1 Обработка результатов измерения

Массовую долю кальция в свекловичной мелассе в пересчете на CaO M_{CaO}, %, вычисляют по формуле

$$M_{CaO} = \frac{100K(V_1 - V_2)}{1000\,m}, \qquad (8)$$

где K — поправочный коэффициент раствора трилона Б, г/дм^3;

V_1 — количество раствора трилона Б, пошедшее на титрование навески свекловичной мелассы, см^3;

V_2 — количество раствора трилона Б, пошедшее на титрование 100 см^3 дистиллированной воды, см^3;

m — масса навески свекловичной мелассы, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

1000 — коэффициент пересчета кубических дециметров (дм^3) в кубические сантиметры (см^3).

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,2 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли кальция ± 0,2 % при доверительной вероятности 95 %.

7.8.5 Проведение испытания методом осаждения солей кальция щавелевокислым аммонием

Метод основан на осаждении катионов кальция в виде щавелевокислого кальция в присутствии уксусной кислоты.

В предварительно взвешенном стеклянном стакане вместимостью 50 см^3 взвешивают с точностью до второго десятичного знака 2,00 г свекловичной мелассы, растворяют в дистиллированной воде, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и объем доводят дистиллированной водой до метки. Раствор количественно переносят в колбу вместимостью 250 см^3 и добавляют 1 см^3 раствора уксусной кислоты массовой концентрации 49,9 %. Затем раствор нагревают до кипения и добавляют 5 см^3 кипящего раствора щавелевокислого аммония для осаждения ионов кальция. После

этого содержимое стакана кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют две-три капли раствора хлористого аммония и отфильтровывают образовавшийся осадок через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на наличие хлорид-ионов в промывной воде.

Наличие хлорид-ионов проверяют следующим образом: к 1—2 см^3 промывной воды добавляют несколько капель раствора азотнокислого серебра. Помутнение раствора указывает на присутствие хлорид-ионов.

После промывки фильтр с осадком переносят в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 10—20 см^3 раствора серной кислоты и 60—80 см^3 дистиллированной воды. Раствор нагревают до кипения и титруют раствором марганцовокислого калия до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

7.8.5.1 Обработка результатов измерения

Массовую долю кальция в пересчете на CaO M_{CaO}, %, определяют по формуле

$$M_{CaO} = \frac{0{,}0028 V 100}{m}, \quad (9)$$

где 0,0028 — количество CaO, соответствующее 1 см^3 раствора марганцовокислого калия молярной концентрации c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески свекловичной мелассы, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,2 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли кальция ± 0,2 % при доверительной вероятности 95 %.

7.9 Определение pH

Метод заключается в определении показателя кислотности свекловичной мелассы путем измерения pH водного раствора ее с помощью pH-метра со стеклянным электродом.

7.9.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

pH-метр со стеклянным электродом диапазоном измерения от 1 до 14, абсолютной допускаемой погрешностью измерения ± 0,05.

Стаканы химические стеклянные В(Н)-1-50 по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная оплавленная.

Цилиндр мерный 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.9.3 Проведение испытания

В стеклянный стакан вместимостью 50 см^3 с помощью мерного цилиндра вносят, не доливая доверху, пробу свекловичной мелассы, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:1. В раствор свекловичной мелассы погружают электроды pH-метра и измеряют pH раствора при температуре 20 °С. Показания pH-метра записывают по истечении 5 мин после погружения электродов.

7.9.4 Обработка результатов измерения

Вычисления проводят с записью результата до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

Предел повторяемости (сходимости) r — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,2 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,4 %.

Границы абсолютной погрешности измерений pH ± 0,2 % при доверительной вероятности 95 %.

7.10 Определение массовой доли ртути

7.10.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.10.2 Проведение испытания — по ГОСТ 26927, МУ 5178 [11].

7.11 Определение массовой доли свинца

7.11.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.11.2 Проведение испытания — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ Р 51301.

7.12 Определение массовой доли кадмия

7.12.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.12.2 Проведение испытания — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ Р 51301.

7.13 Определение массовой доли мышьяка

7.13.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.13.2 Проведение испытания — по ГОСТ 26930, ГОСТ 51766.

7.14 Определение общего количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

7.14.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

При отборе объединенной пробы для микробиологического контроля первые порции свекловичной мелассы должны быть слиты во избежание вторичного инфицирования.

7.14.2 Проведение испытания — по ГОСТ 10444.15.

7.15 Определение плесневых грибов и дрожжей

7.15.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.15.2 Проведение испытания — по ГОСТ 10444.12.

7.16 Определение пестицидов

7.16.1 Отбор проб — в соответствии с 7.1.

7.16.2 Проведение испытания — по [7], [8].

7.17 Определение радионуклидов

7.17.1 Отбор проб — в соответствии с [12].

7.17.2 Проведение испытания — по [12].

7.18 Допускается использование аналогичных средств измерений, материалов и реактивов, характеристики которых не уступают указанным в 7.2—7.17.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Свекловичную мелассу транспортируют в железнодорожных цистернах по ГОСТ Р 51659 или в автоцистернах по ГОСТ 9218 в соответствии с инструкцией [5] и правилами перевозки грузов, действующими на транспорте каждого вида.

8.1.1 Цистерны должны быть чистыми, без постороннего запаха, плотно закрытыми крышками и иметь нижние сливные устройства.

После налива горловина и нижние сливные устройства должны быть опломбированы.

8.1.2 Отгружаемую в зимнее время свекловичную мелассу следует подогревать только закрытым паром до температуры не более 40 °С.

8.2 Свекловичную мелассу хранят в хорошо очищенных закрытых металлических резервуарах в соответствии с инструкцией [5].

8.3 Срок хранения свекловичной мелассы — 9 мес со дня выработки.

Библиография

[1] Инструкция по ведению технологического процесса свеклосахарного производства. — М.: ВНИИСП. — Утв. 11 мая 1985 г.

[2] СанПиН 2.3.2.1078—2001 Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов

[3] Правила по охране труда в сахарной отрасли пищевой промышленности. — Орел: Всероссийский НИИ охраны труда. — Утв. 23 ноября 1995 г.

[4] Инструкция по эксплуатации водного хозяйства сахарных заводов. — Киев: ВНИИСП. — Утв. 17 июня 1977 г.

[5] Инструкция по хранению, транспортированию и приемке мелассы на предприятиях Министерства пищевой промышленности СССР. — М.: ВНИИСП. — Утв. 19 сентября 1975 г.

[6] МУК 4.1.985—2000 Определение содержания токсичных элементов в пищевых продуктах и продовольственном сырье. Методика автоклавной пробоподготовки

[7] МУ 2142—80 Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях методом хроматографии в тонком слое

[8] Определение альдрина, гексахлорана, гептахлора, ДДТ, ДДД, ДДЭ в воде, овощах, фруктах и биологическом материале газожидкостной хроматографией//Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде. — М.: Колос, 1977. — С. 17—20

[9] ТУ 6-09-4059—75 Натрий сернистокислый кислый, х.ч.

[10] ТУ 6-09-5359—88 Аммоний железа (III) сульфат (1:1:2) 12-водный (квасцы железоаммонийные)

[11] МУ 5178—90 Методические указания по определению ртути в пищевых продуктах

[12] МУК 2.61717—98 Радиационный контроль Sr-90 и Cs-137. Пищевые продукты. Отбор проб, анализ и гигиеническая оценка. Методические указания. Утв. Главным Государственным санитарным врачом Российской Федерации 08.10.98. Введены в действие 08.12.98

УДК 664.151.2:006.354 ОКС 67.180.10 Н48 ОКП 91 1211

Ключевые слова: свекловичная меласса, объединенная проба, технические требования, методы контроля, требования безопасности, хранение, транспортирование

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 04.02.2005. Подписано в печать 04.03.2005. Усл. печ. л. 2,79.
Уч.-изд. л. 2,35. Тираж 290 экз. С 534. Зак. 115.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru