МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
12574—
2016**

САХАР

Методы определения золы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Российский научно-исследовательский институт сахарной промышленности» (ФГБНУ РНИИСП)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 ноября 2016 г. № 93-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2016 г. № 1846-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 12574—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные положения и метрологические характеристики метода Международной комиссии по унифицированным методам анализа в сахарной промышленности GS2/3/9-17(2011) «Метод определения кондуктометрической золы в очищенных сахарных продуктах и в плантационном белом сахаре»

6 ВЗАМЕН ГОСТ 12574—93

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации 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 Термины и определения 2
4 Отбор проб 2
5 Условия проведения измерений 2
6 Кондуктометрический метод 2
7 Гравиметрический метод 5
8 Требования безопасности 6
9 Требования к квалификации персонала 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

САХАР
Методы определения золы

Sugar.
Method of ash determination

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на белый сахар и устанавливает кондуктометрический и гравиметрический методы определения золы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76—1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ISO 3696—2013** Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ 3956 — 76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. 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—2016 Сахар. Правила приемки и методы отбора проб

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

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 54642—2011 «Сахар. Методы определения влаги и сухих веществ».

Издание официальное

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 26884—2002 Продукты сахарной промышленности. Термины и определения

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

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1

ГОСТ 33222—2015 Сахар белый. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 26884 и ГОСТ 33222, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **зола:** Остаток минеральных веществ в анализируемой пробе после сжигания всех органических веществ.

3.2 **углекислая (карбонатная) зола:** Остаток минеральных веществ после сжигания анализируемой пробы.

3.3 **сульфатная зола:** Остаток минеральных веществ после сжигания анализируемой пробы в присутствии серной кислоты.

3.4 **кондуктометрическая зола:** Зола, выраженная через концентрацию ионизированных растворимых солей в растворе продукта определенной концентрации, определяемая кондуктометрическим методом.

3.5 **кондуктометрический метод определения золы в сахаре:** Электрохимический метод анализа, основанный на измерении удельной электрической проводимости водного раствора сахара.

3.6 **удельная электрическая проводимость С, мкСм/см**: Электрическая проводимость 1 $см^3$ раствора, помещенного между двумя электродами площадью 1 $см^2$ каждый, находящимися на расстоянии 1 см.

3.7 **кондуктометр:** Прибор для измерения удельной электрической проводимости растворов.

4 Отбор проб

Отбор проб, установление объема выборок и составление объединенных проб белого сахара — по ГОСТ 12569.

5 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха..... (22 ± 3) °С;
- относительная влажность ..... (65 ± 15) %.

Частота переменного тока и напряжение в сети поддерживаются в соответствии с инструкциями по эксплуатации средств измерений и вспомогательного оборудования.

Аналитическая лаборатория должна быть оснащена вентиляционной системой согласно ГОСТ 12.4.021.

В помещениях, предназначенных для проведения измерений, не допускается загрязненность воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, вибрация, электромагнитные помехи или другие факторы, влияющие на измерения.

6 Кондуктометрический метод

6.1 Сущность метода

Метод основан на измерении удельной электрической проводимости водного раствора сахара кондуктометром, в диапазоне измерений массовой доли золы от 0,001 % до 0,100 %.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Кондуктометр, градуированный в единицах электрической проводимости с диапазоном измерения от 1 до 150 мкСм/см или в процентах золы с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 мкСм/см.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 1) °С с автоматическим регулированием.

Термостат жидкостный с диапазоном рабочих температур от 20 °С до 100 °С, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения ± 0,1 °С.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С и ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Чашка нейзильберовая вместимостью 150 $см^3$.

Ступка фарфоровая и пестик по ГОСТ 9147.

Колба мерная 1 (2)-100(500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-2-100 ТС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х.ч.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696 не ниже третьей категории качества или ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды с метрологическими и техническими характеристиками, не ниже приведенных.

6.3 Подготовка к проведению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, приготовление реактивов, подготовку прибора, подготовку проб.

6.3.1 Подготовка посуды

Всю посуду промывают водой по ГОСТ ISO 3696 или ГОСТ 6709, высушивают в сушильном шкафу при температуре 40 °С, охлаждают до комнатной температуры.

6.3.2 Подготовка воды

Для приготовления всех растворов используется вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696 не ниже третьей категории качества или дистиллированная вода по ГОСТ 6709 с величиной удельной электрической проводимости не более 2 мкСм/см. При необходимости требуемую величину удельной электрической проводимости воды достигают ее бидистилляцией.

Перед началом проведения измерений определяют удельную электрическую проводимость C_2, мкСм/см используемой дистиллированной (бидистиллированной) воды.

6.3.3 Приготовление основного раствора хлористого калия (KCl) молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$

0,7455 г хлористого калия (KCl), прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С (до слабо красного каления), растворяют в дистиллированной (бидистилированной) воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в склянке с притертой пробкой не более одного года. В случае помутнения, образования хлопьев, осадка, раствор заменяют свежеприготовленным.

Допускается приготовление реактива с использованием стандарт-титра согласно инструкции.

6.3.4 Приготовление контрольного раствора хлористого калия (KCl) молярной концентрации 0,0002 моль/$дм^3$

10 $см^3$ раствора, приготовленного по 6.3.3, помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной (бидистилированной) водой.

Раствор готовят в день применения.

Приготовленный контрольный раствор хлористого калия (KCl) молярной концентрации 0,0002 моль/$дм^3$(л) имеет удельную электрическую проводимость после вычитания удельной электрической проводимости используемой воды (26,6 ± 0,3) мкСм/см при температуре 20 °С.

6.3.5 Подготовка прибора

Прибор готовят к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации.

Перед началом измерений проверяют показания кондуктометра, используя контрольный раствор с известной удельной электрической проводимостью, приготовленный по 6.3.4.

6.3.6 Подготовка пробы для измерений

В нейзильберовой чашке взвешивают 31,30 г кристаллического сахара (кусковой сахар предварительно измельчают в фарфоровой ступке пестиком), растворяют небольшими порциями теплой дистиллированной (бидистиллированной) воды и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Колбу с раствором помещают в термостат на 15 мин для достижения температуры (20,0 ± 0,2) °С. Объем раствора доводят дистиллированной (бидистиллированной) водой температурой (20,0 ± 0,2) °С до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

6.4 Проведение измерений

В стакан вместимостью 100 см^3 наливают около 50 см^3 анализируемого раствора сахара температурой (20,0 ± 0,2) °С, приготовленного по 6.3.6, несколько раз погружают датчик кондуктометра в раствор для ополаскивания, раствор выливают.

Повторно наполняют стакан анализируемым раствором и погружают в него датчик кондуктометра, следя за тем, чтобы в раствор были погружены все отверстия датчика прибора и измеряют удельную электрическую проводимость раствора. В случае использования кондуктометра без автоматической температурной компенсации измерения проводят при температуре (20 ± 5) °С.

Результаты измерений фиксируют в единицах удельной электрической проводимости C_1, мкСм/см, или в процентах золы, убедившись в том, что показания прибора стабильны.

После проведения измерений датчик промывают дистиллированной (бидистиллированной) водой и осушают фильтровальной бумагой.

6.5 Обработка результатов измерений

В кондуктометрах, градуированных в единицах удельной электрической проводимости, массовую долю золы X, %, вычисляют по формуле

$$X=0{,}0006 \cdot (C_1 - 0{,}35 \cdot C_2), \quad (1)$$

где 0,0006 — коэффициент для выражения результатов в процентах;

C_1 — удельная электрическая проводимость анализируемого раствора сахара по 6.4, мкСм/см;

0,35 — поправка на удельную электрическую проводимость воды;

C_2 — удельная электрическая проводимость дистиллированной (бидистиллированной) воды, определенная по 6.3.2, мкСм/см.

В случае, если измерения удельной электрической проводимости анализируемого раствора сахара и воды проводят при температуре, отличной от 20 °С, но не более ± 5 °С, то необходимо привести значения их удельных электрических проводимостей к значениям при температуре 20 °С по формуле

$$C_{20} = \frac{C_t}{1+0{,}026 \cdot (t-20)}, \quad (2)$$

где C_{20} — значение удельной электрической проводимости анализируемого раствора сахара или воды, приведенной к значениям при температуре 20 °С, мкСм/см;

C_t — измеренное значение удельной электрической проводимости анализируемого раствора сахара или воды при фактической температуре измерения, мкСм/см;

t — температура окружающей среды во время измерения, °С;

0,026 — температурный коэффициент электрической проводимости, приходящийся на 1 °С;

1 — коэффициент пропорциональности между C_{20} и C_t при температуре 20 °С.

Полученные скорректированные значения удельных электрических проводимостей анализируемого раствора сахара и воды применяют при вычислениях по формуле 1.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака.

В кондуктометрах, градуированных в процентах золы, численное значение массовой доли золы выдается непосредственно на табло прибора (см. 6.4).

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, абсолютная величина разности между которыми не превышает значения предела повторяемости (сходимости) r = 0,001 % при P = 0,95.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности результатов двух независимых единичных измерений, полученных в условиях воспроизводимости, не должен превышать 0,002 % при $P = 0,95$.

Границы абсолютной погрешности при $P = 0,95$ метода определения массовой доли золы в сахаре $\Delta = \pm 0,001$ %.

7 Гравиметрический метод

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества сахара по содержанию массовой доли золы в диапазоне измерений от 0,001 % до 0,100 %.

7.1 Сущность метода

Метод заключается в определении массы сульфатной золы последовательным обугливанием и сжиганием анализируемой пробы сахара в присутствии серной кислоты с последующим пересчетом в углекислую (карбонатную) золу.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г.

Тигель фарфоровый низкий 6 по ГОСТ 9147.

Печь муфельная электрическая, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 100 °С до 1000 °С с погрешностью ± 15 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 1) °С с автоматическим регулированием.

Щипцы тигельные.

Эксикатор 1/2/-140/190,250/ по ГОСТ 25336, содержащий осушающее вещество, например, силикагель по ГОСТ 3956.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне измерений температуры от 120 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Пипетка градуированная 1-1-2-5 по ГОСТ 29227.

Ступка фарфоровая и пестик по ГОСТ 9147.

Кислота серная плотностью 1,84 г/см^3 по ГОСТ 4204.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696 или ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды с метрологическими и техническими характеристиками, не ниже приведенных.

7.3 Подготовка к проведению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды и проб сахара.

7.3.1 Подготовка посуды

Всю посуду промывают водой по ГОСТ ISO 3696 или ГОСТ 6709, высушивают в сушильном шкафу при температуре 40 °С, охлаждают до температуры проведения измерений.

Фарфоровый тигель прокаливают до тех пор, пока разница его массы между двумя последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,002 г.

7.3.2 Подготовка пробы для измерений

В нейзильберовой чашке взвешивают 20,00 г белого сахара (кусковой сахар предварительно измельчают в фарфоровой ступке пестиком).

7.4 Проведение измерений

Анализируемую пробу сахара, подготовленную по 7.3.2, помещают порциями в 3–5 приемов в прокаленный фарфоровый тигель, увлажняя каждый раз серной кислотой в количестве 0,5–1,0 см^3, и медленно обугливая до прекращения выделения дыма при подогреве на электрической плитке. Расход серной кислоты на обугливание пробы составляет 4,0–5,0 см^3.

После обугливания анализируемой пробы тигель с остатком переносят в муфельную печь, нагретую до температуры (550 ± 25) °С (вишнево-красное каление) и прокаливают до образования бело-серой золы. После прокаливания тигель покрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе. В охлажденный тигель к остатку добавляют несколько капель серной кислоты и снова прокаливают при температуре (800 ± 30) °С (белое каление) до постоянной массы, значение которой устанавливают взвешиванием.

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

Одновременно проводится определение массовой доли влаги в сахаре по ГОСТ 12570.

7.5 Обработка результатов измерений

7.5.1 Массовую долю углекислой (карбонатной) золы, X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}9 \cdot (m_1 - m)}{m_2} \cdot 100, \quad (3)$$

где 0,9 — коэффициент пересчета сульфатной золы на углекислую (карбонатную) золу;

m_1 — масса тигля с золой, г;

m — масса тигля, г;

m_2 — масса анализируемой пробы сахара, г.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, абсолютная величина разности между которыми не превышает значения предела повторяемости (сходимости) $r = 0{,}005$ % при $P = 0{,}95$.

Предел воспроизводимости R — абсолютное значение разности результатов двух независимых единичных измерений, полученных в условиях воспроизводимости, не должен превышать 0,007 % при $P = 0{,}95$.

Границы абсолютной погрешности при $P = 0{,}95$ метода определения массовой доли золы в сахаре $\Delta = \pm 0{,}005$ %.

7.5.2 Массовую долю углекислой (карбонатной) золы в пересчете на сухое вещество, X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1}{100 - W} \cdot 100, \quad (4)$$

где X_1 — массовая доля углекислой (карбонатной) золы, %, вычисленная по 7.5.1;

W — массовая доля влаги в сахаре, %.

8 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.018.

Требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

Остатки проб утилизируют в порядке, установленном в руководстве по качеству в лаборатории.

9 Требования к квалификации персонала

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускается квалифицированный персонал, имеющий опыт работы с лабораторным оборудованием и владеющий данным методом.

УДК 664. 1:543.06:006.354 МКС 67.180.10 Н49

Ключевые слова: белый сахар, зола, углекислая зола, сульфатная зола, кондуктометрическая зола, кондуктометрический метод, гравиметрический метод, удельная электрическая проводимость, кондуктометр, подготовка к проведению измерений, проведение измерений, обработка результатов измерений, требования безопасности

Редактор *М. И. Егорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *О. В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А. С. Тыртышного*

Сдано в набор 05.12.2016. Подписано в печать 13.12.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 50 экз. Зак. 3151.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru