МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

САХАР

Метод определения сахарозы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 182; Украинским научно-исследовательским институтом сахарной промышленности (УкрНИИСП)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

За принятие проголосовали:

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

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 5 апреля 1999 г. № 108 межгосударственный стандарт ГОСТ 12571—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 12571—86

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2012 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1998
© 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

Метод определения сахарозы

Sugar. Method of saccharose determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сахар-песок, сахар-рафинад, сахар-сырец и устанавливает метод определения сахарозы.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1027—67 Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10733—98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Технические условия

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 требования.

3 Методы отбора проб

3.1 Отбор проб по ГОСТ 12569.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Сахариметр с кварцевым компенсационным клином или с вращающимся компенсатором с международной сахарной шкалой, оснащенной монохроматическим источником света, с пределом измерения от минус 40 до 120 °Z («сахарных» градусов) или автоматический поляриметр с допустимой основной погрешностью ±0,05 °Z.

Цилиндр 1-10-2, 1/3/-100-2, 1/3/-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колба мерная 2-100-1 по ГОСТ 1770, калиброванная с допустимым отклонением от вместимости ±0,1 $см^3$. При необходимости калибровку колб проводят в лабораторных условиях.

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

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

Издание официальное

Часы механические по ГОСТ 10733 или секундомер.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104.

Ареометр общего назначения с диапазоном измерения плотности 1000—2000 кг/м^3 по ГОСТ 18481.

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

Термостат жидкостный диапазоном рабочих температур 20—150 °С, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения ±0,1 °С.

Кюветы поляриметрические длиной (200,00 ± 0,02) мм, (100,00 ± 0,02) мм с покровными стеклами из прозрачного оптического стекла толщиной 1—2 мм с параллельными и гладкими поверхностями.

Контрольная кювета с кварцевыми поляриметрическими пластинами.

Чашка нейзильберовая.

Воронка В-100-150 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан В/Н/-1/2/-250 ТС по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Стекло часовое.

Баня водяная.

Бутыль.

Палочка стеклянная.

Палочка деревянная.

Пипетка с тонким кончиком или шприц для инъекций.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф — по ГОСТ 12026.

Уголь активный древесный порошкообразный по ГОСТ 4453 или импортный.

Эфир этиловый.

Ацетат свинца по ГОСТ 1027.

Окись свинца по нормативному документу.

Алюминия сульфат (основной) с массовой долей окиси алюминия (Al_2O_3) не менее 18 % по нормативному документу.

Индикаторы: лакмус, фенолфталеин.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды, а также реактивов с метрологическими и техническими характеристиками не ниже приведенных.

5 Подготовка к испытанию

5.1 Приготовление свинцового уксуса

300 г ацетата свинца $Pb(CH_3COO)_2{\cdot}3H_2O$ растирают в фарфоровой ступке со 100 г окиси свинца PbO и 100 см^3 дистиллированной воды. Фарфоровую ступку со смесью помещают на кипящую водяную баню и нагревают при перемешивании до тех пор, пока первоначально желтая масса не приобретет белый или бело-розовый цвет. Затем, перемешивая, добавляют частями 900 см^3 горячей дистиллированной воды и переносят смесь в бутыль. Операцию повторяют несколько раз, в зависимости от вместимости бутыли. Наполненную бутыль оставляют в теплом месте на 3—5 дней, изредка перемешивая раствор деревянной палочкой.

После осветления раствор фильтруют. Отфильтрованный раствор хранят в плотно закупоренных бутылях.

Свинцовый уксус должен иметь сильнощелочную реакцию на лакмус и слабощелочную на фенолфталеин.

Плотность раствора должна быть ρ_{20} = 1235—1240 кг/м^3, содержание свинца в пересчете на PbO должно составлять (100±2) кг/м^3.

Приготовленный раствор свинцового уксуса не должен соприкасаться с диоксидом углерода (CO_2).

5.2 Приготовление раствора основного сульфата алюминия

К 122 г основного сульфата алюминия добавляют 1000 см^3 дистиллированной воды, оставляют на сутки и затем тщательно перемешивают.

5.3 Перед началом испытания необходимо проверить шкалу сахариметра с помощью кварцевой пластины с известным значением поляризации для данного источника света. Измерение прово-

дят при температуре (20,0±0,5) °С. Если измерение при этой температуре произвести невозможно, значение поляризации света кварцевой пластины Z_t вычисляют по формуле

$$Z_t = Z_{20} \cdot [1 + 0{,}00014 \cdot (t - 20)], \quad (1)$$

где 0,00014 — постоянное число;

Z_{20} — значение поляризации света кварцевой пластины при температуре 20 °С;

t — температура измерения, °С.

При использовании сахариметра с кварцевым компенсационным клином температуру его и пластины, а также показание сахариметра при установленной трубке не определяют.

6 Проведение испытания

6.1 В нейзильберовой чашке взвешивают 26 г сахара с погрешностью ±0,001 г (сахар-рафинад предварительно быстро измельчают в фарфоровой ступке), растворяют небольшими порциями теплой дистиллированной воды и с помощью воронки переводят в чистую сухую мерную колбу вместимостью 100 см^3. Сахар растворяют легким вращением колбы.

При испытании сахара-сырца в раствор в мерной колбе добавляют по каплям свинцовый уксус (не более 4 см^3) до тех пор, пока не выпадет осадок, или 5—10 см^3 раствора основного сульфата алюминия.

Затем в колбу добавляют дистиллированную воду (обязательно ополаскивая горловину колбы) в таком объеме, чтобы уровень раствора не достигал 20 мм до метки.

Колбу с раствором помещают в термостат на 15 мин для достижения температуры (20,0±0,1) °С.

Внутренние стенки горловины колбы до метки осушают фильтровальной бумагой. Пену, образовавшуюся на поверхности раствора, удаляют каплей этилового эфира. Раствор доливают дистиллированной водой до метки с помощью пипетки с тонким кончиком или шприца для инъекций. Колбу накрывают небольшим часовым стеклом и выдерживают в течение 30 мин, затем закрывают чистой сухой пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают легким вращением.

При необходимости раствор фильтруют через двойной бумажный фильтр, покрывая фильтровальную воронку часовым стеклом во избежание испарения и изменения концентрации раствора. Первые 10 см^3 фильтрата сливают. Фильтрование проводят при той же температуре, при которой проводят поляризацию.

При использовании основного сульфата алюминия содержимое колбы выливают в сухой чистый стакан, добавляют 1,5—2,0 г активного угля, перемешивают стеклянной палочкой в течение 30 с и фильтруют через двойной бумажный фильтр. Фильтрование проводят согласно предыдущим указаниям.

6.2 Поляриметрическую кювету ополаскивают отфильтрованным раствором и наполняют так, чтобы не образовались пузырьки воздуха. Покровное стекло не должно сильно прижиматься головкой кюветы во избежание образования напряжения, которое может повлиять на оптическое вращение раствора.

Поляриметрическую кювету с раствором помещают в камеру сахариметра и подключают к термостату, в котором поддерживается температура (20,0±0,1) °С.

Проводят пять измерений с погрешностью, равной точности прибора, и вычисляют среднее арифметическое значение. При использовании поляриметрической кюветы длиной 100 мм среднее арифметическое значение отсчетов по шкале сахариметра удваивают.

6.3 При использовании автоматического поляриметра испытания проводят аналогично предыдущим указаниям с дополнительным проведением:

- взвешивания пустой мерной колбы с погрешностью ±0,001 г;
- взвешивания мерной колбы с раствором сахара с погрешностью ±0,001 г после 30 мин выстаивания;
- снятия показания поляриметра при пустом отделении для поляриметрической кюветы;
- снятия показаний поляриметра при установленной пустой чистой и сухой поляриметрической кювете;
- определения температуры кварцевой пластины;
- снятия показаний поляриметра при установленной кварцевой пластине.

6.4 При использовании автоматического поляриметра поляризацию определяют с учетом поправок на температуру и объем.

6.4.1 Поляризацию, скорректированную на температуру, $П_t$, °Z («сахарных» градусов), вычисляют по формуле

$$П_t = \frac{П - Y}{Q - X} \cdot Q_1 \cdot [1 + 1{,}44 \cdot 10^{-4} \ (t_п - 20)], \quad (2)$$

где $П$ — показание поляриметра при установленной поляриметрической кювете с раствором, °Z;

Y — показание поляриметра при установленной пустой (без раствора) поляриметрической кювете, °Z;

Q — показание поляриметра при установленной кварцевой пластине, °Z;

X — показание поляриметра при пустом отделении для поляриметрической кюветы, °Z;

Q_1 — паспортные данные кварцевой пластины;

$1{,}44 \cdot 10^{-4}$ — коэффициент;

$t_п$ — температура кварцевой пластины, °С;

20 — температура воздуха при нормальных условиях, °С.

6.4.2 Поправку на объем определяют следующим образом. Вычисляют массу раствора m_v, г, без поправки на взвешивание в воздухе по формуле

$$m_v = m_2 — m_1, \quad (3)$$

где m_2 — масса мерной колбы с раствором, г;

m_1 — масса пустой мерной колбы, г.

Полученный результат переводят в объем с помощью таблицы, приведенной в приложении А.

Поправку на объем находят по таблице, приведенной в приложении А.

Пример. Пусть $m_2 — m_1$ = 109,717 г, по таблице определяют V = 100,060 см^3 и поправку, которая равна +0,060 °Z.

6.4.3 Истинную поляризацию $П_и$, °Z, определяют по формуле

$$П_и = П_t + П_v, \quad (4)$$

где $П_t$ — поляризация, скорректированная на температуру, °Z;

$П_v$ — поправка на объем, °Z.

Вычисления проводят с точностью до 0,01 °Z.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю сахарозы P, %, вычисляют по формулам

- при использовании сахариметров с клиновой компенсацией

$$P = P_t [1 + 0{,}000611 \ (t — 20)]; \quad (5)$$

- при использовании сахариметров с вращающимся компенсатором

$$P = P_t [1 + 0{,}000467 \ (t — 20)], \quad (6)$$

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

0,000611; 0,000467 — коэффициенты;

t — температура раствора при измерении, °С;

20 — температура воздуха при нормальных условиях, °С.

7.2 Массовую долю сахарозы P_1, %, в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$P_1 = \frac{P\,100}{100 - W}, \quad (7)$$

где P — результат измерений, %;

W — массовая доля влаги в сахаре, %.

7.3 За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05 % массовой доли сахарозы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Определение поправки на объем

m_v, г	V, см^3	Поправка, °Z	m_v, г	V, см^3	Поправка, °Z
109,457	99,800	—0,200	109,657	100,000	±0
109,467	99,810	—0,190	109,667	100,010	+0,010
109,477	99,820	—0,180	109,677	100,020	+0,020
109,487	99,830	—0,170	109,687	100,030	+0,030
109,497	99,840	—0,160	109,697	100,040	+0,040
109,507	99,850	—0,150	109,707	100,050	+0,050
109,517	99,860	—0,140	109,717	100,060	+0,060
109,527	99,870	—0,130	109,727	100,070	+0,070
109,537	99,880	—0,120	109,737	100,080	+0,080
109,547	99,890	—0,110	109,747	100,090	+0,090
109,557	99,900	—0,100	109,757	100,100	+0,100
109,567	99,910	—0,090	109,767	100,110	+0,110
109,577	99,920	—0,080	109,777	100,120	+0,120
109,587	99,930	—0,070	109,787	100,130	+0,130
109,597	99,940	—0,060	109,797	100,140	+0,140
109,607	99,950	—0,050	109,807	100,150	+0,150
109,617	99,960	—0,040	109,817	100,160	+0,160
109,627	99,970	—0,030	109,827	100,170	+0,170
109,637	99,980	—0,020	109,837	100,180	+0,180
109,647	99,990	—0,010	109,847	100,190	+0,190
109,657	100,000	±0	109,857	100,200	+0,200

УДК 664.1:006.354 МКС 67.180.10 Н49 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: сахар-песок, сахар-рафинад, сахар-сырец, сахароза, определение, сахариметр, поляриметр автоматический

gost.e-ecolog.ru