



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЦУКОР

Визначання нерозчинних речовин
методом мембранного фільтрування

ДСТУ 4321:2004

Видання офіційне

БЗ № 5-2004/174

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2005

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут цукрової промисловості ТК 56 «Цукор і крохмалепатокові продукти»

РОЗРОБНИКИ: **В. Штангєєв, Н. Іволга, К. Євреснко, О. Гриценко, Г. Михальчук**

2 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 5 липня 2004 р. № 132

3 Національний стандарт відповідає Publication «Method book», 1994 of International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) в частині методу GS2/3–19(1996) The Determination of Insoluble matter in White Sugar by Membrane Filtration — Tentative (Визначання нерозчинних речовин в білому цукрі за допомогою мембранного фільтрування)

Ступінь відповідності — модифікований (MOD)

Переклад з англійської — (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2005

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Суть методу.....	1
3 Реактиви та матеріали	1
4 Апаратура та лабораторне приладдя	1
5 Випробовування	2
6 Опрацювання результатів	3
Додаток НА Бібліографія	3

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Розроблення національних стандартів, згармонізованих з європейськими та міжнародними нормами та правилами, зокрема, введення єдиних загальнозживаних методів аналізування цукру, зумовлено прагненням України увійти до Європейського Союзу (ЄС) як повноправного торгового партнера. Використовування єдиних погоджених критеріїв і методів оцінювання якості продукції, її безпечності та ідентифікації, а також одержування точних порівнювальних даних дає споживачу гарантію якості продукції. Метод, описаний в цьому стандарті, є переклад методу GS2/3–19(1996). (Визначання нерозчинних речовин у білому цукрі), який впроваджено міжнародною комісією з уніфікації методів аналізування цукру з окремими технічними відхилами. Оскільки опублікування методики в Україні трансформується в стандарти, що потребує відповідних змін щодо оформлення тексту, то до тексту долучено національний додаток стосовно цитованих нормативних документів (додаток НА), вилучивши розділ 8.

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 56 «Цукор і крохмалепатокові продукти».

Стандарт містить вимоги, що відповідають чинному законодавству.

До стандарту внесено такі редакційні зміни, спричинені правовими вимогами:

— назву стандарту приведено у відповідність з вимогами національної системи стандартизації;

— розділ 1 об'єднаного з розділом 2 згідно з вимогами чинного законодавства;

— розділ «Реактиви» доповнено реактивами «ортофосфорна кислота», « λ -нафтол», так як ці реактиви використовуються для приготування хроматографічного розпилювального реактиву;

— розділ «Апаратура» доповнено переліком лабораторного приладдя, що використовується для установки для фільтрування;

— структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ» — оформлено відповідно до вимог національної стандартизації України;

— позначки одиниць вимірювання відповідають серії стандартів ДСТУ 3651:1997 Метрологія. Одиниці фізичних величин.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЦУКОР

Визначання нерозчинних речовин методом мембранного фільтрування

САХАР

Определение нерастворимых веществ методом мембранной фильтрации

SUGAR

The Determination of Insoluble Matter by Membrane Filtration

Чинний від 2005–10–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на білий кристалічний цукор і цукрову пудру без добавок і установлює метод визначання нерозчинних у воді речовин, що перебувають у білому цукрі, методом мембранного фільтрування Гібберта і Філліпсона.

Для цукру, що характеризується погіршеною фільтрацією, застосовують модифіковану методику.

2 СУТЬ МЕТОДУ

Цукор, що підлягає випробуванню, розчиняють у гарячій воді, фільтрують через мембранний фільтр із розміром пор 8,0 мкм. Мембранний фільтр і осілі на ньому нерозчинні речовини ретельно промивають, висушують і зважують.

Вміст нерозчинних речовин розраховують за збільшенням маси мембранного фільтра.

3 РЕАКТИВИ ТА МАТЕРІАЛИ

Під час готування реактивів треба дотримуватись застережних заходів.

3.1 Етанол (етиловий спирт).

3.1.1 Етанол може бути промисловим метиловим спиртом із масовою часткою (98—99) % загальних спиртів.

3.2 Кислота ортофосфорна густиною ρ_{20} — 1,69 г/см³.

3.3 Вода здистильована — згідно з ГОСТ 6709

3.4 α -нафтолфталеїн

3.5 Реактив хроматографічний розпилювальний — розчин α -нафтол/ортофосфорна кислота.

3.5.1 Розчиняють 1,0 г α -нафтолу в 100 см³ етанолу і додають 10 см³ ортофосфорної кислоти.

4 АПАРАТУРА ТА ЛАБОРАТОРНЕ ПРИЛАДДЯ

4.1 Мембанні фільтри діаметром приблизно 50 мм із розмірами пор 8,0 мкм.

4.1.1 Розмір пор визначають випробовуючи на «точку пузиря».

4.2 Тримач (лійка) мембранного фільтра.

4.3 Колба конічна для фільтрування місткістю 4 дм³

4.4 Вакуум-насос

4.5 Установка для фільтрування — містить тримач (лійку) мембранного фільтра, встановленого на конічній фільтраційній колбі, приєднаній до вакуумної системи.

4.6 Посудина із неіржавіючої сталі місткістю 2 дм³

4.7 Паличка із неіржавіючої сталі

4.8 Пінцет

4.9 Чашки Петрі скляні чи пластмасові

4.10 Шафа сушильна, що дає змогу підтримувати температуру в діапазоні від 60 °С до 65 °С.

4.11 Сито діаметром 20 см з квадратними отворами розміром приблизно 0,4 мм. Сито поміщають у посудину з гарячою здистильованою водою так, щоб вода досягала тільки до отворів сита і накривають кришкою.

4.12 Ваги лабораторні загальної призначеності, що дають змогу зважувати з похибкою до 0,1 мг.

4.13 Ваги лабораторні загальної призначеності з найбільшою межею зважування 5 кг, що дають змогу зважувати з похибкою до 0,1 г.

4.14 Ексикатор

5 ВИПРОБОВУВАННЯ

5.1 Готування води

Фільтрують 5 дм³ здистильованої води через мембранний фільтр з розмірами пор 8,0 мкм. Після того, як буде профільтровано 500 см³ води, вимикають вакуум. Цією водою споліскують колбу і воду виливають. Потім фільтрують 4,5 дм³ води, що залишилась. Цю воду необхідно використовувати для всіх процедур, вказаних в 5.2 — 5.4. Все лабораторне приладдя і посуд (перемішувальні палички, сита, пінцет) необхідно споліскувати профільтрованою водою перед виконанням подальших процедур.

5.2 Готування мембранного фільтра

Мембрани промивають, занурюючи їх в киплячу здистильовану воду на 6 хв, дають стікти надлишку води з мембран і пінцетом переносять в окремі чисті сухі чашки Петрі.

Чашки Петрі з мембранами зі знятими кришками переносять в сушильну шафу і висушують за температури від 60 °С до 65 °С протягом 1 год. Після висушення мембран чашки Петрі закривають кришками, переносять в ексикатор для охолодження протягом 30 хв. Після охолодження мембрани зважують з похибкою до 0,1 мг.

5.3 Готування проби цукру

У посудині з неіржавіючої сталі зважують (1000 ± 1) г цукру. Якщо проба цукру невелика, чи виникають проблеми з фільтруванням, масу проби можна зменшувати до (500 ± 1) г або, у разі потреби, меншої маси.

Додають гарячу здистильовану воду температурою приблизно 95 °С і доводять об'єм до 1800 см³. Суміш перемішують паличкою із неіржавіючої сталі і нагрівають до температури приблизно 95 °С. Перемішують до повного розчинення цукру.

Примітка. Перед використанням все приладдя потрібно ретельно промити здистильованою водою, але його не можна витирати, так як серветки для витирання можуть бути джерелом забруднення.

5.4 Фільтрування цукрового розчину

Підготований згідно з 5.2 мембранний фільтр зволожують, поміщаючи його в чашку Петрі, яка наповнена здистильованою водою.

Зволожений мембранний фільтр вставляють у тримач (лійку), потім в установку для фільтрування, вмикають вакуум-насос і за пониженого тиску пропускають підготований розчин цукру.

Ретельно споліскують посудину, де готували цукровий розчин, і перемішувальну паличку гарячою здистильованою водою, одержану промивну воду фільтрують через фільтр.

Мембранний фільтр, не виймаючи його з тримача (лійки), і осілі на ньому нерозчинні речовини промивають гарячою здистильованою водою приблизно 1 дм³.

Примітка. Необхідно запобігати попаданню атмосферного повітря через мембрану після її промивання, так як воно може містити значну кількість нерозчинних речовин.

Для остаточного промивання фільтра його обережно виймають із тримача (лійки) і кладуть на 1 год на мокру поверхню сита, яке поміщають у посудину з гарячою здистильованою водою, щоб вода досягла тільки отворів сита і накривають кришкою.

Після остаточного промивання мембранний фільтр переносять у чашку Петрі і проводять операції (висушування, охолодження і зважування) послідовно згідно з 5.2.

Точність проведення аналізування значною мірою залежить від ефективності остаточного промивання мембран. Це можна перевірити, якщо обробити один із мембранних фільтрів після його промивання хроматографічним розпилювальним реактивом і нагрівши до температури 105 °С. Мембрана не повинна містити залишків фіолетової забарвленості. В іншому випадку на ній є цукровий розчин.

6 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Вміст нерозчинних речовин в цукрі, в мг/кг, обчислюють за формулою:

$$\text{Нерозчинні речовини} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 10^6,$$

де m_1 — маса мембранного фільтра, г;
 m_2 — маса мембранного фільтра з нерозчинними речовинами, г;
 m_0 — маса проби цукру, взята для аналізування, г.

Результат обчислюють із похибкою до мг/кг.

ДОДАТОК НА

(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Hibbert D and Phillipson R T (1966): int. Sugar J., 68, 39—44
- 2 Proc 15th Session ICUMSA, 1970, 213
- 3 Proc 16th Session ICUMSA, 1974, 268
- 4 Parkin G (1998): Referee`s Report, General Subj. 2, ICUMSA
- 5 Millipore Laboratory Catalogue (1991): Millipore Intertech, Bedford, Mass., 9.

УКНД 67.180.10

Ключові слова: цукор, нерозчинні речовини, мембранний фільтр, хроматографічний розпилювальний реактив.

Редактор **Ю. Грек**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Нагорна**
Верстальник **Н. Ковальова**

Підписано до друку 20.06.2005 Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Науково-редакційний відділ ДП «УкрНДНЦ»
03115, Київ, вул. Святошинська, 2