

ICUMSA METODY LABORATORNÍ KONTROLY CUKROVARNICKÉ VÝROBY

Metóda GS2/3-17 (2002)

Stanovenie konduktometrického popola v rafinovaných cukroch

oficiálna metóda

1 Rozsah

Obsah konduktometrického popola v roztokoch s koncentráciou 28 g/100 g vyjadruje koncentráciu ionizovaných rozpustných solí prítomných v roztokoch s nízkou vodivosťou (1).

2 Oblasť použitia

Túto metódu možno použiť pre biely cukor (všeobecná trieda 2) a pre špeciálne cukry (všeobecná trieda 3).

POZNÁMKA – Pre cukry obsahujúce protibrudkujúcu látku Ducatillon (2) opisuje metódu, využívajúcu ICUMSA metódu GS3-21, pri ktorej sa najprv stanoví obsah protibrudkujúcej látky.

3 Definície pojmov (3)

Popol stanovený konduktometricky (známy pod menom konduktometrický popol) nemožno priamo porovnávať s gravimetrickým poplom stanoveným spaľovaním a vážením popola. Konduktometrický popol má svoj špecifický význam. Faktory, ktoré sa používajú na premenu hodnoty vodivosti na obsah popola, sú zvolené tak, aby obsah konduktometrického popola približne zodpovedal obsahu sulfátového popola. Tento koeficient bol stanovený konvenciou a nemožno ho experimentálne overiť.

4 Princíp metódy (4)

Stanoví sa špecifická vodivosť roztoku bieleho cukru s koncentráciou 28 g/100 g. Dosadením konvenčne dohodnutého faktora (5) sa potom vypočíta ekvivalent obsahu popola.

5 Chemikálie

5.1 Purifikovaná voda. Na prípravu všetkých roztokov (roztoku cukru a chloridu draselného) používajte dvakrát destilovanú alebo deionizovanú vodu s vodivosťou nižšou ako 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

5.2 Chlorid draselný, 0,01 mol/l. Odvážte 745,5 mg chloridu draselného, vopred vysušeného pri 500 °C (matná červená žiara) a rozpustite vo vode v odmernej banke s objemom 1 l a doplňte po značku. Môže sa tiež použiť komerčne dodávaný roztok.

5.3 Chlorid draselný, 0,0002 mol/l. V 500 ml odmernej banke zriedte 10 ml roztoku chloridu draselného o koncentrácii 0,01 mol/l (5.2) a doplňte po značku vodou. Takto pripravený roztok má pri 20 °C vodivosť 26,6 \pm 0,3 μS (po odpočítaní mernej vodivosti použitej vody).

6 Prístrojové vybavenie

6.1 Konduktometer (6).

6.2 Odmerné banky – odmerné banky ICUMSA (7) o objeme 100, 500 a 1 000 ml.

6.3 Pipety – pipety triedy A (8) s objemom 10 ml.

6.4 Analytické váhy – s rozlíšením 0,1 mg.

7 Postup

7.1 Určenie konštanty sondy. Konštantu konduktometrickej sondy je definovaná ako pomer vzdialenosti medzi elektródami vzťahnutý na ich povrch a vyjadruje sa v cm^{-1} . Aj keď obe tieto veličiny sú fixné, ale menia sa od sondy k sonde, je potrebné určiť túto konštantu pre každú sondu a pravidelne ju kontrolovať. Sonda sa kalibruje pomocou štandardného roztoku chloridu draselného so známou vodivosťou (5.3) a konštantu sondy je pomerom hodnoty vodivosti tohto roztoku (26,6 $\mu\text{S}/\text{cm}$), zvýšenou o vodivosť vody a meranou hodnotou vodivosti tohto roztoku pri 20 °C.

Na toto stanovenie musí byť najprv stanovená vodivosť deionizovanej vody. Hrubá vodivosť vody je:

konštantu sondy (daná výrobcom) \times odčítaná vodivosť vody pri 20 °C.

Po odmeraní vodivosti roztoku chloridu draselného (5.3) je potom hrubá konštantu sondy:

$$K' = \frac{\text{vodivosť štandardného roztoku KCl} + \text{hrubá vodivosť vody}}{\text{odčítaná hodnota vodivosti roztoku KCl pri 20 °C}}$$

Takže korigovaná hodnota vodivosti vody je:

$$C_{\text{vody}} = K' (\text{hrubá konštantu sondy}) \times \text{odčítaná vodivosť vody}$$

A správna hodnota konštanty sondy je:

$$K' = \frac{\text{vodivosť štandardného roztoku KCl} + C_{\text{vody}}}{\text{odčítaná hodnota vodivosti roztoku KCl pri 20 °C}}$$

Ak sa táto hodnota nedá použiť priamo v prístroji, potom musí byť výsledok merania vodivosti násobený touto konštantou.

7.2 Vodivosť vzorky. Rozpustite 31,3 g \pm 0,1 g cukru vo vode v 100ml odmernej banke a doplňte na výsledný objem pri 20 °C (alebo rozpustite 28,0 g \pm 0,1 g cukru vo vode tak, aby výsledná hmotnosť roztoku bola 100,0 g). V prípade tekutých vzoriek, skúšobný roztok musí byť pripravený tak, aby obsahoval 31,3 g sušiny/100 ml roztoku, resp. 28,0 g sušiny/100 g roztoku.

Po dôkladnom premiešaní preneste roztok do meracej nádoby a odmerajte vodivosť pri $20 \pm 0,2$ °C. Meranie skontrolujte prostredníctvom referenčného roztoku (5.3).

8 Vyjadrenie výsledkov

8.1 Výpočet výsledkov (5). Ak C_1 je vodivosť nameraná v $\mu\text{S}/\text{cm}$ pri 20 °C a ak C_2 merná vodivosť vody pri 20 °C, potom korigovaná konduktivita roztoku 28 g/100 g (C_{28}) je:

$$C_{28} = C_1 - 0,35C_2$$

a

$$\text{obsah konduktometrického popola (\%)} = 6 \cdot 10^{-4} \cdot C_{28}$$

8.2 Korekcia na teplotu. Ak meranie nemožno vykonať pri štandardnej teplote 20 °C, je možné získaný výsledok teplotne korigovať za predpokladu, že teplotná odchýlka je v rozmedzí ± 5 °C. Táto korekcia je (10):

$$C_{20^\circ} = \frac{C_T}{1 + 0,026(T - 20)}$$

kde C_T je konduktivita pri teplote T .

POZNÁMKA (11)– Vodivosť štandardného roztoku chloridu draselného (5.3) je udaná pre teplotu 20 °C. Ak meranie nemožno vykonať pri štandardnej teplote 20 °C, potom vodivosť štandardného roztoku chloridu draselného určíme ako:

vodivosť KCl (5.3) pri teplote $T^\circ\text{C} = 26,6[1 + 0,021(T - 20)]$ v teplotnom rozsahu $20 \pm 5^\circ\text{C}$

8.3 Presnosť stanovenia. V kruhových testoch, na ktorých sa podieľalo 8 laboratórií s 11 vzorkami bieleho cukru od Braunschweigskeho inštitútu, sa zistilo nasledovné. Pre cukry s priemerným obsahom popola 0,0123 % by absolútny rozdiel medzi dvomi výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti nemal byť väčší ako 0,00115 %. Absolútny rozdiel medzi dvomi výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť väčší ako 0,00177 %. Táto metóda bola v roku 1990 schválená ako oficiálna metóda (13).

9 Literatúra

1. SCHNEIDER F. (ED.): *Sugar Analysis: ICUMSA Methods*. 1979, s. 85–86.
2. *Správa z 23. zasadania ICUMSA*. 2002, s. 311–313.
3. *Správa z 15. zasadania ICUMSA*. 1970, s. 171.
4. *Správa zo 17. zasadania ICUMSA*. 1978, s. 249–263.
5. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA*. 1974, s. 223.
6. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA*. 1974, s. 15.
7. *Správa zo 17. zasadania ICUMSA*. 1978, s. 12.
8. *Správa zo 16. zasadania ICUMSA*. 1974, s. 10.
9. REINEFELD E., SCHNEIDER F.: *Analytische Betriebskontrolle der Zuckerindustrie*. 1983, Part A, s. 72–77.
10. *Správa z 21. zasadania ICUMSA*. 1994, s. 424.
11. D'ANS J. ET AL. (ED.): *Landolt-Börnsteinove numerické hodnoty a funkcie*. 6. vydanie, 1960, s. 88–89.
12. EMMERICH A.: *Zuckerind.*, 1994.
13. *Správa z 20. zasadania ICUMSA*. 1990, s. 49.