

ICUMSA METÓDY LABORATÓRNEJ KONTROLY CUKROVARNÍCKEJ VÝROBY

Metóda GS8-7 (1998)

Stanovenie popola v sušených repných rezkoch

A – Hrubý popol

oficiálna metóda

1 Rozsah a oblasť použitia

Táto metóda je oficiálna na stanovenie obsahu hrubého popola v sušených repných rezkoch (Všeobecná trieda 8) (1, 2).

2 Princíp

Vzorka sa spopolňuje pri teplote 550 °C. Zostatok sa odváži.

3 Chemikálie

UPOZORNENIE A BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA: POUŽÍVATEĽOM SA ODPORÚČA VZIAŤ DO ÚVAHY NÁRODNÚ LEGISLATÍVU TÝKAJÚCU SA ZDRAVIA A BEZPEČNOSTI PRI PRÁCI A KONZULTOVAŤ S DODÁVATEĽMI CHEMIKÁLIÍ PRED MANIPULÁCIOU S TÝMITO ČINIDLAMI.

3.1 Dusičnan amónny, pribl. 20 g · 100 ml⁻¹.

3.2 Zriedená kyselina chlorovodíková. Opatrne pridajte 100 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej ($\rho_{20} \approx 1,18 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}$) do 500 ml vody a premiešajte.

4 Prístrojové vybavenie

4.1 Elektrická platnička – s vhodným elektrickým výkonom pre spaľovanie. *POZNÁMKA* – Uistite sa, že povrch elektrickej platničky je dôkladne očistený.

4.2 Elektrická muflová pec – vybavená regulátorom teploty umožňujúcim žiahanie pri 550 ± 25 °C.

4.3 Žihacie kelímky – na spopolňovanie, z platiny alebo zliatiny platiny a zlata (10 % Pt, 90 % Au), obdĺžnikového (60 × 40 × 25 mm) alebo okrúhleho tvaru (priemer: 60–75 mm, výška: 20–25 mm).

4.4 Mlynček – z materiálu neabsorbujúceho vlhkosť a ľahko čistiteľného; ktorý umožňuje rýchle, rovnomerné drvenie bez tvorby znateľného tepla; ktorý zabraňuje kontaktu s okolitým vzduchom a spĺňa požiadavky opísané v bode 5.1 (napr. kladivkové alebo vodou chladené mikromlynčeky, zasúvacie kužefové mlynčeky, drviče s pomalým pohybom alebo s ozubenými koliečkami).

4.5 Exsikátor – obsahujúci samoindikujúce sušivo.

4.6 Analytické váhy – s rozlíšením 0,1 mg.

5 Postup

5.1 Drvenie. Zoberte minimálne 50 g vzorky. Rozdrvte ju na častice, z ktorých aspoň 50 % prejde cez sito s veľkosťou otvorov 0,5 mm a na site s veľkosťou otvorov 1 mm nezostane viac ako 10 %.

5.2 Príprava žihacieho kelímku. Umyte kelímok vriacou zriedenou kyselinou chlorovodíkovou a dôkladne opláchnite vodou. Zohrejte ho v muflovej peci pri 550 °C a nechajte ochladieť na teplotu prostredia v exsikátore a odvážte s presnosťou ± 0,2 mg.

5.3 Spopolňovanie. Z vopred zomletej vzorky odvážte na najbližšie mg približne 5 g, m_1 , a umiestnite do žihacieho kelímku, ktorý bol vopred pripravený podľa bodu 5.2. Položte kelímok na elektrickú platničku a postupne zohrievajte, až kým rezky nezuhoľnatejú. Umiestnite žihací kelímok do muflovej pece nastavenej na 550 °C ± 25 °C. Nechajte ho pri tejto teplote, až kým nezískate biely, svetlo sivý alebo červenkastý popol, ktorý je bez uhlíkatých častíc. Vložte kelímok do exsikátora, nechajte ochladieť a ihneď odvážte. Po odpočítaní tary získate hmotnosť popola m_2 .

POZNÁMKA – Popol z materiálu, ktorý sa ťažko spopolňuje, sa získava tak, že sa po počiatočnom spopolnení po dobu 3 hodín nechá ochladieť a pridá sa niekoľko kvapiek 20% roztoku dusičnanu amónneho (opatrne, aby sa predišlo rozprášeniu popola alebo tvorbe brudiek). V žíbaní sa pokračuje po vysušení v sušiarňi. Ak je to potrebné, postup sa zopakuje až do úplného spopolnenia.

6 Vyjadrenie výsledkov

6.1 Výpočet. Výsledok vyjadrite ako hmotnostné % ($\text{m} \cdot \text{m}^{-1}$) vzorky:

$$\text{Hrubý popol} = \frac{m_2 \times 100}{m_1} \quad (\%).$$

POZNÁMKA – Keďže získaný výsledok nie je ekvivalentný so síranovým popolom, pri výsledku sa musí uviesť „% hrubého popola“.

6.2 Presnosť (3). Pre sušené rezky s obsahom 5–10 % by absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti nemal byť vyšší ako 0,67 % popola.

Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť vyšší ako 0,98 % popola.

7 Literatúra

1. Správa z 21. zasadania ICUMSA. 1994, s. 142.
2. Prvá smernica komisie z 15. júna 1971. 71/250/EEC (OJ No. L155/71, 12-7-71).
3. Správa z 21. zasadania ICUMSA. 1994, s. 412.

B – Síranový popol

oficiální metoda

1 Rozsah a oblast použití

Táto metóda je oficiálna na stanovenie obsahu síranového popola v sušených repných rezkoch (1) (Všeobecná trieda 8).

2 Princíp

Stanovenie popola v sušených rezkoch jedným spopolnením pri 650 °C s kyselinou sírovou. Síranový popol sa stanoví gravimetricky.

3 Chemikálie

UPOZORNENIE A BEZPEČNOSTNÉ OPATRENIA: POUŽÍVATELOM TEJTO METÓDY SA ODPORÚČA VZIAŤ DO ÚVAHY NÁRODNÚ LEGISLATÍVU TÝKAJÚCU SA ZDRAVIA A BEZPEČNOSTI PRI PRÁCI A KONZULTOVAŤ S DODÁVATEĽMI CHEMIKÁLIÍ PRED MANIPULÁCIOU S KYSELINOU SÍROVOU.

3.1 Kyselina sírová. 250 ml koncentrovanej kyseliny sírovej ($Q_{20} \approx 1,84$ g/ml) sa opatrne zmieša s vodou a doplní na objem 1 l.

4 Prístrojové vybavenie

4.1 Elektrická platnička – s vhodným elektrickým výkonom pre spaľovanie.

POZNÁMKA – Uistite sa, že povrch elektrickej platničky je dôkladne očistený.

4.2 Elektrická muflová pec – vybavená regulátorom teploty umožňujúcim žiahanie pri 650 ± 25 °C.

4.3 Žihacie kelímky – na spopoľňovanie, vyrobené z platiny alebo zliatiny platiny a zlata (10 % Pt, 90 % Au), obdĺžnikového ($60 \times 40 \times 25$ mm) alebo okrúhleho tvaru (priemer: 60–75 mm, výška: 20–25 mm).

4.4 Mlynček – z materiálu neabsorbujúceho vlhkosť a ľahko čisteľného; ktorý umožňuje rýchle, rovnomerné drvenie bez tvorby znateľného tepla; ktorý zabraňuje kontaktu s okolitým vzduchom a spĺňa požiadavky opísané v bode 5.1 (napr. kladivkové alebo vodou chladené mikromlynčeky, zasúvacie kužeľové mlynčeky, drviče s pomalým pohybom alebo s ozubenými koliečkami).

4.5 Exsikátor – obsahujúci samoindikujúce sušivo.

4.6 Analytické váhy – s rozlíšením 0,1 mg.

5 Postup

Žihací kelímok predhrejte, ochlaďte v exsikátore a odvážte na najbližšie mg, m_1 . Do vynulovaného kelímku dajte približne 5 g pomletej vzorky (pre prípravu vzorky a žihacieho kelímku pozrite časť A tejto metódy) a znovu odvážte, m_2 .

Po kvapkách pridajte 10 ml zriedenej kyseliny sírovej, za jemného krúživého miešania obsahu kelímku.

Vysušte vzorku na elektrickej platničke a postupne zohrievajte, až kým rezky nezuhoľnatejú. Po zuhoľnatení vzorky vložte kelímok do muflovej pece a postupne zohrejte na 650 °C (kroky po 100 °C).

Nechajte pri tejto teplote, až sa zdá, že vzorka neobsahuje uhlíkaté častice. Vložte kelímok do exsikátora, ochlaďte na teplotu prostredia a odvážte, m_3 .

6 Vyjadrenie výsledkov

6.1 Výpočet. Podiel síranového popola sa vypočíta nasledovne:

$$\text{Síranový popol} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (\%)$$

6.2 Presnosť (2). Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok opakovateľnosti by nemal byť vyšší ako 0,64 %.

Absolútny rozdiel medzi dvoma výsledkami získanými za podmienok reprodukovateľnosti by nemal byť vyšší ako 1,01 %.

POZNÁMKA – Keďže získaný výsledok nie je ekvivalentný s hrubým popolom, pri výsledku sa musí uviesť „% síranového popola“.

7 Literatúra

1. *Správa z 21. zasadania ICUMSA*. 1994, s. 142.
2. *Správa z 21. zasadania ICUMSA*. 1994, s. 414.