ГОСТ 12575—2001

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

САХАР

Методы определения редуцирующих веществ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 182 «Сахар и крахмалопаточные продукты»; Украинским научно-исследовательским институтом сахарной промышленности (УкрНИИСП)

ВНЕСЕН Государственным комитетом стандартизации, метрологии и сертификации Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 20 от 1 ноября 2001 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 27 февраля 2002 г. № 78-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 12575—2001 введен в действие в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2003 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 12575—86

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2012 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2002
© 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

Методы определения редуцирующих веществ

Sugar.
Methods of reducing substances determination

Дата введения 2003—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сахар-песок, сахар-рафинад, сахар-сырец и устанавливает методы определения редуцирующих веществ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 84—76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 1027—67 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия
ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия
ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия
ГОСТ 4172—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия
ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4453—74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия
ГОСТ 5845—79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10733—98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия
ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 12569—99* Сахар. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ 24104—88** Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

* Утратил силу на территории РФ, с 01.01.2013 пользоваться ГОСТ Р 54640—2011.
** С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001. С 1 января 2010 г. на территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное

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

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

3 Методы отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 12569.

4 Йодометрический метод определения редуцирующих веществ с применением реактива Мюллера

Метод основан на восстановлении ионов меди (Cu^{2+}) из щелочного раствора Мюллера до гемиоксида меди (Cu_2O) редуцирующими веществами при добавлении избыточного количества раствора йода и титровании избытка его раствором тиосульфата натрия.

4.1 Средства измерения, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Цилиндр 1—5—2, 1—500—2, 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба мерная 1(2)—100—2, 1(2)—200—2, 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 20 $см^3$ и 50 $см^3$ по ГОСТ 29169 или градуированная пипетка вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29228.

Бюретка вместимостью 50 $см^3$ с наименьшей ценой деления 0,1 $см^3$ по ГОСТ 29252.

Стакан В(Н)-1(2)—150 по ГОСТ 25336.

Воронка В—100—150 по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 20 г, 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления шкалы 0,1 °С и диапазоном измерения температуры от 10 °С до 100 °С по ГОСТ 28498.

Лабораторный pH-метр с границами измерения от минус 1 до 14 pH и диапазонами: от минус 1 до 14 pH; от 5 до 8 pH; от 4 до 9 pH.

Секундомер или часы механические по ГОСТ 10733.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Стекло часовое.

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения ± 0,1 °С.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Натрий углекислый (Na_2CO_3) по ГОСТ 83.

Фенолфталеин (индикатор) по нормативному документу.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Медь сернокислая 5-водная ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 4165.

Калий-натрий виннокислый 4-водный ($KNaC_4O_6H_4 \cdot 4H_2O$) по ГОСТ 5845.

Натрий углекислый 10-водный ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) по ГОСТ 84.

Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453.

Натрия гидроокись (NaOH) по ГОСТ 4328.

Йод по ГОСТ 4159.

Калий йодистый (KI) по ГОСТ 4232.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Натрия тиосульфат по ГОСТ 27068.

Калия бихромат по ГОСТ 4220.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

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

Для приготовления реактивов допускается использование стандарт-титров.

При приготовлении растворов реактивов должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

4.2 Подготовка к испытанию

4.2.1 Приготовление раствора уксуснокислого свинца

Растворяют 300 г 3-водного уксуснокислого свинца ($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) в 800 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, при необходимости устанавливают pH 7 раствором уксусной кислоты или гидроокиси натрия и доводят объем дистиллированной водой до метки.

4.2.2 Приготовление раствора углекислого натрия (Na_2CO_3) массовой долей 14 %

Растворяют 140 г углекислого натрия дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

4.2.3 Приготовление раствора уксусной кислоты молярной концентрации $c(CH_3COOH)$ = = 5 моль/дм^3

Разбавляют 300 см^3 ледяной уксусной кислоты дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

4.2.4 Приготовление реактива Мюллера

Реактив Мюллера готовят смешиванием растворов А и Б.

Раствор А: 35,00 г 5-водной сернокислой меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) растворяют в 400 см^3 кипящей дистиллированной воды.

Раствор Б: 173,00 г 4-водного виннокислого калия-натрия и 68 г безводного углекислого натрия растворяют в 500 см^3 кипящей дистиллированной воды или 183,50 г 10-водного углекислого натрия растворяют в 400 см^3 кипящей дистиллированной воды.

После растворения и охлаждения раствор Б приливают к раствору А в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

В мерную колбу добавляют 3 г активного угля, взбалтывают и оставляют на 2 ч. Затем раствор фильтруют через фильтровальную бумагу.

В случае выпадения осадка окиси меди при длительном хранении раствор вновь фильтруют.

Раствор хранят в посуде из темного стекла с пришлифованной пробкой при комнатной температуре.

4.2.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH)$ = = 1 моль/дм^3

Растворяют 40 г гидроокиси натрия дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

4.2.6 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2\ I2)$ = 0,0333 моль/дм^3

Растворяют 4,30 г пересублимированного йода в водном растворе, содержащем 10 г йодистого калия (KI), тщательно перемешивают до полного растворения йода и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 см^3. Поправочный коэффициент раствора йода устанавливают не реже 1 раза в 10 сут по раствору тиосульфата натрия в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.2. Раствор хранят в посуде из темного стекла с пришлифованной пробкой при комнатной температуре.

4.2.7 Приготовление раствора крахмала массовой долей 1 %

Растирают 1 г крахмала в фарфоровой ступке с 25 см^3 дистиллированной воды. Полученное крахмальное молоко вливают в 74 см^3 кипящей воды.

4.2.8 Приготовление раствора тиосульфата натрия (серноватистокислого натрия) молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,0333 моль/дм^3

Растворяют 8,40 г тиосульфата натрия в 100 см^3 свежепрокипяченной дистиллированной воды, охлаждают, прибавляют 3 см^3 изобутилового спирта, тщательно перемешивают и доводят объем до 1000 см^3. Поправочный коэффициент раствора устанавливают через 10 сут по раствору бихромата

калия молярной концентрации $c(K_2Cr_2O_7)$ = 0,0333 моль/дм^3 по ГОСТ 25794.2. Раствор хранят в посуде из темного стекла при комнатной температуре.

4.2.9 Приготовление раствора бихромата калия (двухромовокислого калия) молярной концентрации $c(K_2Cr_2O_7)$ = 0,0333 моль/дм^3

Растворяют 1,6345 г высушенного при 150 °С бихромата калия в дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до 1000 см^3.

4.2.10 Приготовление исходного раствора сахара-сырца

Взвешивают 40 г сахара-сырца с погрешностью ± 0,01 г, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, осветляют нейтральным раствором уксуснокислого свинца в количестве от 1,0 до 4,0 см^3, проверяя полноту осаждения добавлением одной капли нейтрального раствора уксуснокислого свинца. Доводят объем дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют через бумажный фильтр, покрывая фильтровальную воронку часовым стеклом во избежание испарения и изменения концентрации раствора. Отбирают пипеткой 50 см^3 фильтрата, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют раствор углекислого натрия (Na_2CO_3) с массовой долей 14 % в присутствии индикатора фенолфталеина (до слабой розовой окраски) для удаления избытка уксуснокислого свинца, доводят объем до метки дистиллированной водой, взбалтывают и фильтруют через бумажный фильтр.

4.2.11 Приготовление исходных растворов сахара-песка, сахара-рафинада

Взвешивают 40 г сахара-песка или сахара-рафинада с погрешностью ± 0,01 г, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

4.3 Проведение испытания

4.3.1 Отбирают 20 см^3 исходного раствора, приготовленного по 4.2.10, что соответствует 2 г сахара-сырца, или 50 см^3 исходного раствора, приготовленного по 4.2.11, что соответствует 10 г сахара-песка или сахара-рафинада.

Если содержание редуцирующих веществ во взятом объеме раствора сахара-сырца превышает 25 г, отбирают меньший объем раствора, приготовленного по 4.2.10.

Раствор помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 (при анализе сахара-сырца содержимое колбы нейтрализуют раствором уксусной кислоты молярной концентрации $c(CH_3COOH)$= = 5 моль/дм^3 в присутствии индикатора фенолфталеина). Объем раствора доводят дистиллированной водой до 100 см^3, прибавляют 10 см^3 реактива Мюллера, перемешивают и помещают колбу с раствором в кипящую водяную баню на 10 мин ± 5 с. Уровень воды в бане должен быть на 2 см выше уровня раствора в конической колбе. Колба должна быть помещена на подставке так, чтобы она не касалась дна бани. Баня должна иметь такие размеры, чтобы кипение не прерывалось при помещении в нее колбы. После нагревания коническую колбу, накрытую часовым стеклом, во избежание окисления окиси меди кислородом воздуха быстро охлаждают под струей холодной воды без взбалтывания.

После кипячения раствор должен иметь голубовато-зеленоватую окраску. Если раствор оранжевой окраски, опыт повторяют с меньшим количеством фильтрата.

К охлажденному раствору прибавляют 5 см^3 раствора уксусной кислоты молярной концентрации $c(CH_3COOH)$ = 5 моль/дм^3 и сразу же раствор йода молярной концентрации $c(1/2\ I_2)$ = = 0,0333 моль/дм^3 в количестве от 20 до 40 см^3 (V_1). Оба раствора добавляют без взбалтывания во избежание окисления окиси меди кислородом воздуха.

Колбу закрывают и содержимое взбалтывают до полного растворения осадка, при этом раствор имеет коричневую окраску, обусловленную избытком йода, и оставляют на 2 мин. Затем добавляют 2 см^3 раствора крахмала массовой долей 1 % и титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации $c(1/2\ Na_2S_2O_3)$ = 0,0333 моль/дм^3 до исчезновения синей окраски раствора.

Проводят контрольное определение, используя те же реактивы и в тех же количествах, но вместо испытуемого раствора добавляют дистиллированную воду. Контрольное определение проводят для каждого свежеприготовленного реактива Мюллера.

4.3.2 Параллельно проводят опыт без нагревания, используя то же количество исходного раствора и те же реактивы (после добавления реактива Мюллера раствор оставляют на 10 мин).

4.4 Обработка результатов

4.4.1 При вычислении массовой доли редуцирующих веществ принимают, что 1 см^3 раствора йода (0,0333 моль/дм^3) соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

Массовую долю редуцирующих веществ в сахаре X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) - K}{m \cdot 1000} \cdot 100, \quad (1)$$

где V_1 — количество раствора йода, израсходованное на испытание, см^3 (по 4.3.1);

V_2 — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см^3 (по 4.3.1);

K_1 — поправочный коэффициент раствора йода;

K_2 — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

K — сумма поправок на расход раствора йода на восстановление сахарозы (из расчета 0,2 см^3 на 1 г), на расход раствора йода при определении без нагревания, на редуцирующую способность реактива Мюллера;

100 — коэффициент перерасчета в проценты;

m — масса навески, г (по 4.3.1);

1000 — коэффициент перерасчета граммов в миллиграммы.

Сумму поправок K, см^3, вычисляют по формуле

$$K = \frac{0{,}2 \cdot m \cdot X}{100} + (V_1 \cdot K_1 - V_{2М} \cdot K_2) + (V_1 \cdot K_1 - V_{2БН} \cdot K_2), \quad (2)$$

где 0,2 — расход раствора йода на восстановление 1 г сахарозы, см^3/г;

m — масса навески, г (по 4.3.1);

X — массовая доля сахарозы, %;

V_1 — количество раствора йода, см^3 (по 4.3.1);

K_1 — поправочный коэффициент раствора йода;

$V_{2М}$ — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование при контрольном определении, см^3 (по 4.3.1);

K_2 — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

$V_{2БН}$ — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование в опыте без нагревания, см^3 (по 4.3.2).

4.4.2 За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,01 % в абсолютном значении. Если расхождение превышает эту величину, испытание повторяют.

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака.

Расхождение между результатами определения, выполненными в двух разных лабораториях, не должно превышать 0,02 % в абсолютном значении. Допустимая относительная погрешность результата анализа 0,45 % при доверительной вероятности 0,95.

4.4.3 Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества сахара-сырца.

5 Йодометрический метод определения редуцирующих веществ с применением раствора Оффнера

Метод основан на восстановлении ионов меди (Cu^{2+}) до гемиоксида меди (Cu_2O) в щелочном растворе Оффнера редуцирующими веществами при нагревании, переходе осадка в раствор избыточным количеством раствора йода и титрованием избытка йода раствором тиосульфата натрия.

5.1 Средства измерения, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Цилиндр 1(3)—25—2, 1(3)—100—2, 1(3)—500—2, 1(3)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба мерная 1(2)—100—2, 1(2)—200—2, 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 20 см^3 и 50 см^3 по ГОСТ 29169 или градуированная пипетка вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29228.

Бюретка вместимостью 50 см^3 с наименьшей ценой деления 0,1 см^3 по ГОСТ 29252.

Стакан В(Н)-1(2)—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 20 г, 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Термометр жидкостный стеклянный ценой деления шкалы 0,1 °С и диапазоном измерения температуры от 10 °С до 100 °С по ГОСТ 28498.

Лабораторный pH-метр с пределами измерения от минус 1 до 14 pH и диапазонами: от минус 1 до 14 pH; от 5 до 8 pH; от 4 до 9 pH.

Секундомер или часы механические по ГОСТ 10733.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.
Горелка газовая.
Стекло часовое.
Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения ± 0,1 °С.
Сетка с асбестовой пластинкой с отверстием диаметром 35 мм.
Баня водяная.
Палочка стеклянная.
Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф по ГОСТ 12026.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Керамика пористая.
Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.
Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) по ГОСТ 4172.
Натрий фосфорнокислый двузамещенный (Na_2HPO_4) по ГОСТ 11773.
Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453.
Медь сернокислая 5-водная ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 4165.
Натрий углекислый (Na_2CO_3) по ГОСТ 83.
Натрий углекислый 10-водный ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) по ГОСТ 84.
Калий-натрий виннокислый 4-водный ($KNaC_4O_6H_4 \cdot 4H_2O$) по ГОСТ 5845.
Кислота уксусная по ГОСТ 61.
Кислота соляная по ГОСТ 3118.
Калий йодистый (KI) по ГОСТ 4232.
Йод по ГОСТ 4159.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.
Калия бихромат по ГОСТ 4220.
Натрия тиосульфат по ГОСТ 27068.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.
Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

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

Для приготовления реактивов допускается использование стандарт-титров.

При приготовлении растворов реактивов должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

5.2 Подготовка к испытанию

5.2.1 Приготовление нейтрального раствора уксуснокислого свинца ($Pb(CH_3COO)_2$) массовой долей 10 %

Растворяют 100,00 г 3-водного уксуснокислого свинца ($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) в 800 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, при необходимости устанавливают pH 7 растворами уксусной кислоты или гидроокиси натрия и доводят объем дистиллированной водой до метки.

5.2.2 Приготовление раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия (Na_2HPO_4) массовой долей 10 %

Растворяют 100,00 г двузамещенного 12-водного фосфорнокислого натрия ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

5.2.3 Приготовление раствора Оффнера

Растворяют в стакане дистиллированной водой 5,00 г 5-водной сернокислой меди, 10,00 г углекислого натрия или 27,00 г 10-водного углекислого натрия, 300,00 г тонкоизмельченного 4-водного виннокислого калия-натрия, 50,00 г двузамещенного 12-водного фосфорнокислого натрия или 19,80 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, доводят дистиллированной водой до 700 см^3. Стакан с раствором нагревают на водяной бане, периодически помешивая стеклянной палочкой. После полного растворения компонентов нагревание продолжают на кипящей водяной бане еще 2 ч. Затем раствор охлаждают до 20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и объем доводят дистиллированной водой до метки. Добавляют 2 г активного угля, энергично взбалтывают и фильтруют через фильтровальную бумагу. Раствор хранят в посуде из темного стекла с пришлифованной пробкой при комнатной температуре.

5.2.4 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl) = 1$ моль/дм^3

Разбавляют 82,3 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью ρ = 1,17 ... 1,19 г/см^3 дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 до метки.

5.2.5 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2\ I_2)$ = 0,0333 моль/дм^3

Взвешивают 4,10 г йода в стаканчике для взвешивания с крышкой, пластмассовой ложечкой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 25 см^3 водного раствора, содержащего 20 г йодистого калия, тщательно перемешивают до полного растворения йода и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 см^3 и энергично взбалтывают. Поправочный коэффициент раствора йода устанавливают не реже 1 раза в 10 сут по раствору стандарт-титра тиосульфата натрия молярной концентрации $c(1/2\ Na_2S_2O_3)$ = 0,0323 моль/дм^3 в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.2. Раствор хранят в посуде из темного стекла с пришлифованной пробкой при комнатной температуре.

5.2.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH)$ = = 1 моль/дм^3

Растворяют 40,00 г гидроокиси натрия в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

5.2.7 Приготовление раствора бихромата калия (двухромовокислого калия) молярной концентрации $c(K_2Cr_2O_7)$ = 0,0323 моль/дм^3

Растворяют 0,317 г бихромата калия в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 200 см^3.

5.2.8 Приготовление раствора тиосульфата натрия (серноватистокислого натрия) молярной концентрации $c(1/2\ Na_2S_2O_3)$ = 0,0323 моль/дм^3

Растворяют 8,00 г тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) в 100 см^3 свежепрокипяченной воды, прибавляют 3 см^3 изобутилового спирта, тщательно перемешивают и доводят дистиллированной водой до 1000 см^3. Поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия устанавливают через 10 сут раствором бихромата калия молярной концентрации 0,0323 моль/дм^3 с поправочным коэффициентом 1,0 по ГОСТ 25794.2. Раствор хранят в посуде из темного стекла с пришлифованной пробкой при комнатной температуре.

5.2.9 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1 %

Растирают 1 г крахмала в фарфоровой ступке с 25 см^3 дистиллированной воды и полученное крахмальное молоко вливают в 74 см^3 кипящей воды.

5.2.10 Приготовление исходных растворов сахара-песка и сахара-рафинада

Исходные растворы сахара-песка и сахара-рафинада готовят по 4.2.11.

5.2.11 Приготовление исходного раствора сахара-сырца

Взвешивают 20 г сахара-сырца с погрешностью ± 0,01 г, растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3. К раствору при постоянном перемешивании добавляют 15 см^3 раствора нейтрального уксуснокислого свинца ($Pb(CH_3COO)_2$) массовой долей 10 %. Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют на несколько минут. После этого для удаления избытка уксуснокислого свинца прибавляют 15 см^3 раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия (Na_2HPO_4) массовой долей 10 %. Доводят объем дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют через бумажный фильтр.

5.3 Проведение испытаний

Отбирают 50 см^3 исходного раствора, приготовленного по 5.2.10 (что соответствует 10 г сахара-песка или сахара-рафинада), или 15 см^3 исходного раствора, приготовленного по 5.2.11 (что соответствует 3 г сахара-сырца).

Если содержание редуцирующих веществ во взятом объеме раствора превышает 20 мг, то отбирают меньший объем раствора, приготовленного по 5.2.10 или 5.2.11.

Раствор помещают в коническую колбу, добавляют 50 см^3 раствора Оффнера и дистиллированную воду до общего объема 100 см^3, 2—3 кусочка пористой керамики (для равномерного кипения), ставят на газовую горелку с сеткой и в течение примерно 4 мин доводят до кипения. Содержимое колбы кипятят на медленном огне 5 мин, затем охлаждают быстрым погружением колбы в холодную воду без взбалтывания во избежание соприкосновения осадка окиси меди с кислородом воздуха.

Затем добавляют 1 см^3 ледяной уксусной кислоты, избыток (от 10 до 25 см^3) раствора йода молярной концентрации 0,0323 моль/дм^3 и 15 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3.

Колбу закрывают и энергично взбалтывают, при этом раствор должен иметь коричневую окраску.

Колбу накрывают часовым стеклом и оставляют на 2 мин до окончания реакции йода с медью.

Время от времени колбу взбалтывают, потом добавляют 2 см^3 раствора крахмала с массовой долей 1 % и титруют избыток раствора йода раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,0323 моль/дм^3 до исчезновения синей окраски.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 При вычислении массовой доли редуцирующих веществ принимают, что 1 см^3 раствора йода (0,0323 моль/дм^3) соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

Массовую долю редуцирующих веществ X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2) - K_3}{m \cdot 1000} \cdot 100, \qquad (3)$$

где V_1 — избыточное количество раствора йода, израсходованное на испытание, см^3 (по 5.3);

V_2 — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см^3 (по 5.3);

K_1 — поправочный коэффициент раствора йода;

K_2 — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

K_3 — поправка на расход раствора йода (на 1 г сахарозы расходуется 0,1 см^3 раствора йода);

100 — коэффициент перерасчета в проценты;

m — масса навески, г (по 5.3);

1000 — коэффициент перерасчета граммов в миллиграммы.

Поправку на расход раствора йода K_3 вычисляют по формуле

$$K_3 = \frac{0{,}1 \cdot m \cdot X}{100}, \qquad (4)$$

где 0,1 — расход раствора йода на 1 г сахарозы, см^3/г;

m — масса навески, г (по 5.3);

X — массовая доля сахарозы, %.

5.4.2 За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,01 % в абсолютном значении. Если расхождение превышает эту величину, испытание повторяют.

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака.

Расхождение между результатами определения, выполненными в двух разных лабораториях, не должно превышать 0,02 % в абсолютном значении. Допустимая относительная погрешность результата анализа 0,45 % при доверительной вероятности 0,95.

5.4.3 Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества сахара-песка и сахара-рафинада.

6 Определение редуцирующих веществ методом Найта и Аллена (метод ICUMSA)

Метод основан на восстановлении ионов меди Cu^{2+} до гемиоксида меди Cu_2O в щелочном растворе редуцирующими веществами при нагревании. После охлаждения остаточные ионы меди титруют ЕДТА (этилендиаминтетрауксусной кислотой) с использованием в качестве индикатора мурексида.

6.1 Средства измерения, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Колба мерная 1(2)—200—2, 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пробирка П 1(2)—21—150 по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 2 см^3 и 5 см^3 по ГОСТ 29169 или градуированная пипетка вместимостью 2 см^3 и 5 см^3 по ГОСТ 29228.

Бюретка вместимостью 50 см^3 с наименьшей ценой деления 0,1 см^3 по ГОСТ 29252.

Колба Кн-2—50—18 ТХС по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 20 г, 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Секундомер или часы механические по ГОСТ 10733.

Чашка выпарительная фарфоровая белая по ГОСТ 9147.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Вибрационный смеситель.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Калий-натрий виннокислый 4-водный ($KNaC_4O_6H_4 \cdot 4H_2O$) — тетрагидрат виннокислого калия-натрия по ГОСТ 5845.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Медь сернокислая 5-водная ($CuSO_4 5H_2O$) — пентагидрат сульфата меди по ГОСТ 4165.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Дигидрат двунатриевой соли ЕДТА.

Мурексид (индикатор).

Метиленовая синь.

Сахароза с массовой долей редуцирующих веществ менее 0,002 % — «свободная» от редуцирующих веществ.

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

6.2 Подготовка к испытанию

6.2.1 Приготовление реагента 1 (щелочного медного раствора)

Растворяют 25,00 г безводного углекислого натрия и 25,00 г тетрагидрата виннокислого калия-натрия ($KNaC_4O_6H_4 \cdot 4H_2O$) приблизительно в 600 $см^3$ дистиллированной воды, содержащей 40 $см^3$ 1,0 М раствора гидроокиси натрия, в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Растворяют 6,000 г пентагидрата сульфата меди ($CuSO_4 5H_2O$) в 100 $см^3$ дистиллированной воды и количественно переводят в мерную колбу со щелочным раствором тетрагидрата виннокислого калия-натрия. Доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

6.2.2 Приготовление реагента 2 (раствора ЕДТА 0,0025 М)

Растворяют 0,9306 г дигидрата двунатриевой соли ЕДТА в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Допускается использование фиксанала ЕДТА, для этого растворяют 50 $см^3$ раствора ЕДТА молярной концентрации 0,01 моль/$дм^3$ в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки.

Требования к дигидрату двунатриевой соли ЕДТА приведены в приложении А.

6.2.3 Приготовление реагента 3 (мурексидного индикатора)

Растирают 0,50 г мурексида, 0,15 г метиленовой сини и 40 г хлористого натрия в фарфоровой ступке пестиком. Для предотвращения слипания индикатор необходимо хранить в эксикаторе над силикагелем.

6.3 Проведение испытания

Взвешивают 5 г* сахара-песка или сахара-рафинада с погрешностью ± 0,001 г и помещают его в чистую сухую пробирку. Пипеткой отбирают 5 $см^3$ дистиллированной воды и помещают в пробирку с сахаром. Растворяют сахар с помощью вибрационного смесителя. Добавляют 2 $см^3$ щелочного медного раствора (реагент 1), отмеренного пипеткой, и тщательно перемешивают. Помещают пробирку в кипящую водяную баню точно на 5 мин. Затем пробирку вынимают и немедленно погружают в холодную воду. Количественно переносят раствор в белую выпарную чашку или маленькую коническую колбу, добавляют стеклянной ложечкой 0,1 г мурексидного индикатора. Полученную смесь титруют 0,0025 М раствором ЕДТА до появления пурпурной окраски. При этом в присутствии редуцирующих веществ первоначально желто-зеленый раствор в процессе титрования приобретает серую окраску, а затем пурпурную, и титрование прекращают. Титрование необходимо проводить в наиболее короткое время.

Используя коническую колбу, наблюдение за окончанием титрования необходимо проводить на фоне белой бумаги.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю редуцирующих веществ, в процентах, находят из таблицы 1, в которой приведена зависимость редуцирующих веществ в сахаре от количества израсходованного на титрование раствора ЕДТА.

---

* Для сахара, массовая доля редуцирующих веществ в котором больше 0,017 %, берут меньшую навеску сахара и прибавляют такое количество «свободной» от редуцирующих веществ сахарозы, чтобы общая масса навески составила 5 г.

6.4.2 За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Вычисление проводят с точностью до третьего десятичного знака.

6.4.3 Метод применяется при оценке качества сахара-песка и сахара-рафинада массовой долей редуцирующих веществ до 0,02 %.

Таблица 1 — Зависимость редуцирующих веществ от израсходованного раствора ЕДТА

Количество израсходованного на титрование раствора ЕДТА, $см^3$	Массовая доля редуцирующих веществ, %
1,7 — 2,2	0,017
2,3 — 2,9	0,016
3,0 — 3,6	0,015
3,7 — 4,2	0,014
4,3 — 4,8	0,013
4,9 — 5,5	0,012
5,6 — 6,2	0,011
6,3 — 6,8	0,010
6,9 — 7,5	0,009
7,6 — 8,1	0,008
8,2 — 8,7	0,007
8,8 — 9,4	0,006
9,5 —10,1	0,005
10,2 —10,7	0,004
10,8 —11,3	0,003
11,4 —11,8	0,002

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Требования к дигидрату двунатриевой соли ЕДТА

Содержание ЕДТА (в виде дигидрата), г/100 г, не менее	99
Содержание воды, г/100 г	9,5 ± 0,5
Содержание нерастворимых веществ, г/100 г, не более	0,005
Содержание хлоридов (в виде Cl^-), г/100 г, не более	0,004
Содержание сульфатов (в виде S_4^{2-}), г/100 г, не более	0,01
Содержание тяжелых металлов, г/100 г, не более:	
свинец	0,001
железо	0,001
медь	0,00025
Содержание нитрилотриуксусной кислоты, г/100 г, не более	0,05
pH раствора, 5 г/100 $см^3$	4,8 ± 0,3

УДК 664.1:006.354 МКС 67.180.10 Н49 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: сахар-песок, сахар-рафинад, сахар-сырец, редуцирующие вещества, реактив Мюллера, раствор Оффнера, метод Найта и Аллена

gost.e-ecolog.ru