МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

САХАР

Методы определения редуцирующих веществ

ГОСТ 12575—86

Sugar. Methods of reducing substances determination

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.87

Настоящий стандарт устанавливает методы определения массовой доли редуцирующих веществ в сахаре-песке, сахаре-рафинаде и сахаре-сырце.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5229—85.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 12569.

2. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ РЕАКТИВА МЮЛЛЕРА

2.1. Сущность метода

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

2.2. Аппаратура и реактивы

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

баня водяная;

колба 1(2)—100(200, 1000)—2 по ГОСТ 1770;

пипетка 2(3)—1(2)—10(20, 25, 50) по ГОСТ 29227;

цилиндр мерный наливной (отливной) 2—5 (50, 100, 500, 1000) по ГОСТ 1770;

бюретка 1(2, 4, 5, 6)—50—0,1 по ГОСТ 29251;

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336;

секундомер или часы песочные;

pH-метр-милливольтметр типа pH-340, pH-121 или других типов с пределами измерения 1—14 pH и погрешностью ±0,2 ед. pH;

натрий углекислый (Na_2CO_3) по ГОСТ 83;

натрий углекислый с массовой долей Na_2CO_3 в растворе 14 % готовят следующим образом: 140,00 г углекислого натрия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем водой до метки;

натрий углекислый 10-водный ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) по ГОСТ 84;

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;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ готовят следующим образом: 40,00 г гидроокиси натрия (NaOH) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем водой до метки;

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, нейтральный раствор готовят следующим образом: 300,00 г уксуснокислого свинца ($Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$) растворяют в 800 см^3 воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, при необходимости, устанавливают pH7 раствором уксусной кислоты или гидроокиси натрия и доводят объем водой до метки;

кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор c (CH_3COOH) = 5 моль/дм^3 готовят следующим образом: 300 см^3 ледяной уксусной кислоты разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки;

реактив Мюллера готовят смешиванием растворов А и Б.

Раствор А готовят следующим образом: 35,00 г 5-водной сернокислой меди растворяют в 300 см^3 горячей воды.

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

При смешивании раствор Б (после охлаждения) приливают к раствору А в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки.

В мерную колбу добавляют около 3 г активированного 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 темной склянке с притертой пробкой;

бихромат калия по ГОСТ 4220, раствор c ($K_2Cr_2O_7$) = 0,0333 моль/дм^3, готовят следующим образом: 1,6345 г высушенного при температуре 150 °С бихромата калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют и раствор доводят дистиллированной водой до метки;

натрия тиосульфат по ГОСТ 27068, раствор c (1/2 $Na_2S_2O_3$) = 0,0333 моль/дм^3 готовят следующим образом: 8,40 г тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) растворяют в 100 см^3 свежекипяченой воды, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Добавляют 2 см^3 гидроокиси натрия раствора c (NaOH) = 1 моль/дм^3 для лучшей устойчивости раствора и доводят объем водой до метки; коэффициент поправки раствора устанавливают после выдержки в течение 10 сут по раствору бихромата калия c ($K_2Cr_2O_7$) = 0,0333 моль/дм^3;

калий йодистый (KJ) по ГОСТ 4232;

йод по ГОСТ 4159, раствор c (1/2 J_2) = 0,0333 моль/дм^3 готовят следующим образом: 4,30 г пересублимированного йода растворяют в растворе, содержащем 10 г йодистого калия (KJ), в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки; коэффициент поправки раствора йода устанавливают по раствору тиосульфата натрия;

крахмал по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей крахмала 1 % готовят следующим образом: около 1 г крахмала растирают в фарфоровой чашке с 25 см^3 воды и полученное крахмальное молоко сливают с 75 см^3 горячей воды и кипятят в течение 3—5 мин;

фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения и оборудования, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками, а также стандарт-титров и реактивов с квалификацией не ниже установленных в стандарте.

При приготовлении растворов реактивов должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Взвешивают 40 г пробы сахара-сырца с погрешностью ±0,01 г, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 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 водой до метки, взбалтывают и фильтруют, покрывая фильтровальную воронку часовым стеклом во избежание испарения. Отбирают 50 см^3 фильтрата, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют раствор углекислого натрия с массовой долей (Na_2CO_3) 14 % в присутствии фенолфталеина для удаления избытка уксуснокислого свинца, доводят объем до метки водой, взбалтывают и фильтруют через фильтровальную бумагу.

2.3.2. Взвешивают 40 г пробы сахара-песка или сахара-рафинада с погрешностью ±0,01 г, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 200 см^3 и доводят объем водой до метки.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Проведение испытания

2.4.1. Отбирают 20 $см^3$ раствора пробы, приготовленного по п. 2.3.1 (что соответствует 2 г сахара-сырца) или 50 $см^3$ раствора пробы, приготовленного по п. 2.3.2 (что соответствует 10 г сахара-песка или сахара-рафинада).

Если массовая доля редуцирующих веществ во взятом объеме раствора сахара-сырца превышает 25 мг, то отбирают меньший объем раствора пробы.

Раствор помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ (при анализе сахара-сырца содержимое колбы нейтрализуют раствором уксусной кислоты c (CH_3COOH) = 5 моль/$дм^3$, в присутствии индикатора фенолфталеина. Объем раствора доводят водой до 100 $см^3$, затем 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 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 в потоке холодной воды без взбалтывания.

После кипячения раствор должен иметь голубовато-зеленоватую окраску. В случае оранжевой окраски раствора опыт повторяют с меньшим количеством фильтрата.

К охлажденному раствору прибавляют 5 $см^3$ раствора уксусной кислоты c (CH_3COOH) = = 5 моль/$дм^3$ и сразу же в избытке раствор йода c (1/2 J_2) = 0,0333 моль/$дм^3$ от 20 до 40 $см^3$ (V_1). Оба раствора добавляют без взбалтывания во избежание окисления окиси меди кислородом воздуха.

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

Одновременно проводят контрольное определение, используя те же результаты и в тех же количествах, но вместо испытуемого раствора добавляя дистиллированную воду. Контрольное определение проводят для каждого свежеприготовленого реактива Мюллера.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Разница в расходе раствора йода при проведении определения по пп. 2.4.1 и 2.4.2 не должна превышать 0,1 $см^3$.

2.5. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2) - K}{m \cdot 10}, \qquad (1)$$

где V_1 — объем раствора йода, израсходованный при определении по п. 2.4.1., $см^3$;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование при определении по п. 2.4.1., $см^3$;

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 йода при определении без нагревания, на редуцирующую способность реактива Мюллера;

m — масса навески, г.

При применении поправок (K) 1 $см^3$ раствора йода (0,0333 моль/$дм^3$) соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

2.5.2. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±0,45 % при доверительной вероятности P = 0,95.

2.5.1, 2.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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

3. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ РАСТВОРА ОФФНЕРА

3.1. Сущность метода

Метод заключается в восстановлении ионов меди (Cu^{2+}) до закиси меди (Cu_2O) в щелочном растворе Оффнера редуцирующими веществами при нагревании, переводе осадка в раствор избыточным количеством раствора йода и титровании избытка йода раствором тиосульфата натрия.

3.2. Аппаратура и реактивы

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

горелка газовая;

сетка с асбестовой пластинкой с отверстием диаметром 35 мм;

баня водяная;

колба 1(2)—100(200, 1000)—2 по ГОСТ 1770;

колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336;

пипетка 2(3)—1(2)—10(20, 25, 50) по ГОСТ 29227;

бюретка 1 (2, 4, 5, 6)—50—0,1 по ГОСТ 29251;

цилиндр мерный наливной (отливной) 2—5(50, 100, 500, 1000) по ГОСТ 1770;

стакан Н(В)-1(2)—1000 ТХС по ГОСТ 25336;

секундомер или часы песочные;

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 ($KNaC_4O_6H_2 \cdot 4H_2O$) по ГОСТ 5845;

натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) по ГОСТ 4172;

натрий фосфорнокислый двузамещенный, раствор с массовой долей (Na_2HPO_4) 10 % готовят следующим образом: 100,00 г двузамещенного 12-водного фосфорнокислого натрия ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем водой до метки;

натрий фосфорнокислый двузамещенный (Na_2HPO_4) по ГОСТ 11773;

свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, нейтральный раствор с массовой долей ($Pb(C_2H_3O_2)_2$) 10 % готовят следующим образом: 100,00 г уксуснокислого свинца ($Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$) растворяют в 800 $см^3$ воды в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, при необходимости, устанавливают pH 7 раствором уксусной кислоты или гидроокиси натрия и доводят объем водой до метки;

уголь активированный;

раствор Оффнера готовят следующим образом: в химическом стакане растворяют 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, растворяют в воде, доводят объем до 700 $см^3$. Стакан с содержимым нагревают на водяной бане, периодически помешивая раствор стеклянной палочкой. После полного растворения нагревание продолжают в кипящей водяной бане еще в течение 2 ч. Затем охлаждают раствор до 20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и объем доводят водой до метки. Добавляют около 2 г активированного угля, энергично взбалтывают и фильтруют через фильтровальную бумагу. Приготовленный раствор хранят в посуде из темного стекла;

кислота уксусная по ГОСТ 61;

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор c (HCl) = 1 моль/$дм^3$, готовят следующим образом: 82,3 $см^3$ концентрированной соляной кислоты плотностью (ρ = 1,19 г/$см^3$) разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ до метки;

калий йодистый (KJ) по ГОСТ 4232;

йод по ГОСТ 4159, раствор c (1/2 J_2) = 0,0323 моль/$дм^3$, готовят следующим образом: 4,10 г йода взвешивают в бюксе с крышкой, пластмассовой ложечкой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ раствора, содержащего 20 г йодистого калия, доводят объем водой до метки и энергично взбалтывают. Раствор хранят в посуде из темного стекла. Поправочный

коэффициент раствора йода устанавливают по раствору стандарт-титра тиосульфата натрия концентрации c ($\frac{1}{2}$ $Na_2S_2O_3$) = 0,0323 моль/дм^3;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH) = 1 моль/дм^3, готовят следующим образом: 40,00 г гидроокиси натрия (NaOH) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки;

калия бихромат по ГОСТ 4220 раствор c ($K_2Cr_2O_7$) = 0,0323 моль/дм^3, готовят следующим образом: 0,317 г бихромата калия растворяют в колбе вместимостью 200 см^3 и доводят водой до метки;

натрия тиосульфат по ГОСТ 27068, раствор c ($\frac{1}{2}$ $Na_2S_2O_3$) =0,0323 моль/дм^3, готовят следующим образом: 8,00 г тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) растворяют в 100 см^3 свежекипяченой воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, добавляют для лучшей устойчивости 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрацией 1 моль/дм^3, доводят объем водой до метки и энергично взбалтывают. Поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия устанавливают через 10 сут раствором бихромата калия концентрации 0,0323 моль/дм^3 с поправочным коэффициентом равным 1,0;

крахмал по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей крахмала 1 %, готовят следующим образом: около 1 г крахмала растирают в фарфоровой чашке с 25 см^3 воды и полученное крахмальное молоко сливают в 75 см^3 горячей воды и кипятят в течение 3—5 мин;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения и оборудования, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками, а также стандарт-титров и реактивов с квалификацией не ниже установленных в стандарте.

При приготовлении растворов реактивов должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. Пробы сахара-песка и сахара-рафинада готовят по п. 2.3.2.

3.3.2. Пробы сахара-сырца готовят следующим образом: взвешивают 20 г пробы сахара-сырца с погрешностью ±0,01 г, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. К раствору при постоянном перемешивании прибавляют 15 см^3 раствора нейтрального уксуснокислого свинца с массовой долей ($Pb(C_2H_3O_2)_2$) 10 %. Содержимое тщательно перемешивают и оставляют на несколько минут. После этого для удаления избытка уксуснокислого свинца прибавляют 15 см^3 раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия с массовой долей (Na_2HPO_4) 10 %. Доводят объем водой до метки, взбалтывают и фильтруют через фильтровальную бумагу.

3.4. Проведение испытания

Отбирают 50 см^3 раствора, приготовленного по п. 3.3.1 (что соответствует 10 г сахара-песка или сахара-рафинада) или 15 см^3 раствора, приготовленного по п. 3.3.2 (что соответствует 3 г сахара-сырца в пробе).

Если массовая доля редуцирующих веществ в объеме раствора сахара превышает 20 мг, то отбирают меньший объем раствора, приготовленного по пп. 3.3.1 или 3.3.2.

Раствор помещают в коническую колбу, добавляют 50 см^3 раствора Оффнера и дистиллированной воды до общего объема 100 см^3, 2—3 кусочка пористой керамики, нагревают газовой горелкой через сетку и в течение 4 мин доводят до кипения. Содержимое медленно кипятят в течение 5 мин, после чего охлаждают быстрым погружением в холодную воду без взбалтывания во избежание соприкосновения осадка окиси меди с воздухом.

Затем добавляют 1 см^3 ледяной уксусной кислоты, раствора йода с концентрацией 0,0323 моль/дм^3 в избытке от 10 до 25 см^3 и 15 см^3 раствора соляной кислоты 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 взбалтывают, затем добавляют 2 см^3 раствора крахмала с массовой долей крахмала 1 % и титруют избыток раствора йода раствором тиосульфата натрия с концентрацией 0,0323 моль/дм^3 до исчезновения синей окраски.

3.3.2, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю редуцирующих веществ X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) - K}{m \cdot 10}, \quad (2)$$

где V_1 — объем избыточного раствора йода, израсходованный при испытании, см^3;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный при титровании, см^3;

K_1 — поправочный коэффициент раствора йода;

K_2 — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

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

m — масса пробы, г.

3.5.2. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,01 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±0,45 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3.5.1, 3.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР.

РАЗРАБОТЧИКИ

П.В. Полторак; С.А. Бренман; Н.С. Иволга; А.Л. Шойхет.

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.06.86 № 1573

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5229—85

4. ВЗАМЕН ГОСТ 12575—67

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2., 3.2	ГОСТ 5845—79	2.2., 3.2
ГОСТ 83—79	2.2., 3.2	ГОСТ 6709—72	2.2., 3.2
ГОСТ 84—76	2.2., 3.2	ГОСТ 10163—76	2.2., 3.2
ГОСТ 1027—67	2.2., 3.2	ГОСТ 11773—76	3.2
ГОСТ 1770—74	2.2., 3.2	ГОСТ 12569—85	1.1
ГОСТ 3118—77	3.2	ГОСТ 24104—88	2.2., 3.2
ГОСТ 4159—79	2.2., 3.2	ГОСТ 25336—82	2.2., 3.2
ГОСТ 4165—78	2.2., 3.2	ГОСТ 27025—86	2.2., 3.2
ГОСТ 4172—76	3.2	ГОСТ 27068—86	2.2., 3.2
ГОСТ 4220—75	2.2., 3.2	ГОСТ 29227—91	2.2., 3.2
ГОСТ 4232—74	2.2., 3.2	ГОСТ 29251—91	2.2., 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2., 3.2	ТУ 6—09—5360—87	2.2

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.90 № 3599

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91)

gost.e-ecolog.ru