

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
12575—
2024

САХАР

Методы определения редуцирующих веществ

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию»

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 31 января 2024 г. № 169-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 мая 2025 г. № 448-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 12575—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2025 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 12575—2001

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

САХАР

Методы определения редуцирующих веществ

Sugar. Methods of reducing substances determination

Дата введения — 2025—09—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на белый сахар, прочие виды сахара, сахар-сырец и устанавливает йодометрические методы определения редуцирующих веществ.

Требования к контролируемым показателям установлены в ГОСТ 33222 и документах национальных систем стандартизации, действующих на территории государства, в котором введен в действие настоящий стандарт.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 84 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 1027 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 4159 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

- ГОСТ 4172 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия
ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия
ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4453 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия
ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 6016 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия
ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10733 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия
ГОСТ 11773 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия
ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 12569 Сахар. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ 12570 Сахар. Методы определения влаги и сухих веществ
ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 23350 Часы наручные и карманные электронные. Общие технические условия
ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 26884 Продукты сахарной промышленности. Термины и определения
ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний
ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия
ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 33222 Сахар белый. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 33222 и ГОСТ 26884.

4 Требования безопасности

4.1 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.019.

4.3 Организация обучения персонала безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.5 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

5 Методы отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 12569.

6 Условия проведения измерений

6.1 При подготовке и проведении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °C;
- относительная влажность окружающего воздуха — до 85 %.

Частота переменного тока и напряжение в сети поддерживаются в соответствии с инструкциями по эксплуатации средств измерений и вспомогательного оборудования.

6.2 К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица, имеющие профессиональное образование, освоившие настоящую методику, прошедшие обучение работе с приборами и соответствующий инструктаж по технике безопасности.

7 Йодометрический метод определения редуцирующих веществ с применением реактива Мюллера

7.1 Сущность метода

Метод основан на восстановлении ионов меди Cu^{2+} из реактива Мюллера до гемииоксида меди Cu_2O редуцирующими веществами анализируемого раствора сахара, окислении полученной одновалентной меди раствором йода. Количество израсходованного на окисление меди раствора йода определяется по разности добавленного объема раствора йода и объема, не вступившего в реакцию, который устанавливается при титровании раствором серноватистокислого натрия в присутствии индикатора крахмала.

Метод применим для всех видов сахара в диапазоне измерений массовой доли редуцирующих веществ от 0,010 % до 0,500 % и используется в качестве арбитражного.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 специального класса точности (условное обозначение I) с максимальной нагрузкой до 520 г, обеспечивающие предел допускаемой погрешности $\pm 0,005$ г.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 специального класса точности (условное обозначение I) с максимальной нагрузкой до 320 г, обеспечивающие предел допускаемой погрешности $\pm 0,0005$ г.

pH-метр с диапазоном измерений активности водородных ионов от 0 до 14 ед. pH и пределом допускаемой абсолютной погрешности измерения не более 0,05 ед. pH.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °C до 100 °C, с ценой деления 0,5 °C по ГОСТ 28498.

Часы по ГОСТ 27752, или по ГОСТ 3145, или по ГОСТ 23350, или по ГОСТ 10733.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения $\pm 0,5$ °C.

Баня водяная с электрическим или водяным подогревом.

Стакан В/Н/-1/2/-150 (1000) ТС по ГОСТ 25336.

Воронка В-100-150 ТС по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1-100(200, 500, 1000)-1/2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100 (500)-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1(2)-1(2)-2-2 (5, 10, 25) по ГОСТ 29227.
 Пипетка 2-2-20 (50, 100) по ГОСТ 29169.
 Бюретка стеклянная 1-1(3)-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.
 Стекло часовое.
 Палочка стеклянная.
 Ступка фарфоровая 3 с пестиком 1 по ГОСТ 9147.
 Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф, фильтр обеззоленный (синяя лента) по ГОСТ 12026.
 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453.
 Свинец (II) уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 1027, ч. д. а.
 Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч. д. а.
 Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.
 Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, ч. д. а. или стандарт-титр 0,1 моль/дм³.
 Медь II сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а.
 Натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а. или стандарт-титр 0,1 моль/дм³.
 Натрий углекислый по ГОСТ 83, ч. д. а.
 Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84, ч. д. а.
 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.
 Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а. или стандарт-титр 0,1 моль/дм³.
 Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч. д. а.
 Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.
 Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.
 Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч. д. а.
 Фенолфталеин (индикатор) по нормативным документам, действующим на территории государства, в котором введен в действие настоящий стандарт.
 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже приведенных.

7.3 Подготовка к испытанию

7.3.1 Приготовление раствора уксуснокислого свинца

Растворяют 250 г 3-водного уксуснокислого свинца $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ в 800 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 000 см³, при необходимости устанавливают pH 7 раствором уксусной кислоты или гидроокиси натрия и доводят объем дистиллированной водой до метки.

7.3.2 Приготовление раствора углекислого натрия $c(Na_2CO_3)$ массовой долей 10 %

Растворяют 100 г углекислого натрия дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 000 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

7.3.3 Приготовление раствора уксусной кислоты молярной концентрации $c(CH_3COOH) = 5$ моль/дм³

Добавляют 300 см³ ледяной уксусной кислоты в мерную колбу вместимостью 1 000 см³, содержащую 200—300 см³ дистиллированной воды, охлаждают до 20 °С и доводят объем дистиллированной водой до метки.

7.3.4 Приготовление реактива Мюллера

Реактив Мюллера готовят смешиванием растворов А и Б.

Для приготовления раствора А 35 г 5-водной сернокислой меди, взвешенной с точностью до второго десятичного знака, растворяют в 400 см³ кипящей дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 000 см³.

Для приготовления раствора Б в стеклянный стакан вместимостью 1 000 см³ вносят 173 г 4-водного виннокислого калия-натрия и 68 г безводного углекислого натрия или 183,5 г 10-водного углекислого натрия, взвешенных с точностью до второго десятичного знака, растворяют в 500 см³ кипящей дистиллированной воды.

Приготовленные растворы охлаждают до 20 °С. Раствор Б приливают к раствору А и доводят объем дистиллированной водой до метки. В полученный раствор добавляют 3 г активного угля, взбалтывают и оставляют на 2 ч. После отстаивания раствор фильтруют через бумажный фильтр.

Приготовленный реактив Мюллера хранят в закрытой бутылки из темного стекла с шлифованной пробкой при комнатной температуре; при выпадении осадка необходимое для анализа количество раствора фильтруют.

7.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$

40 г гидроокиси натрия, взвешенного с точностью до второго десятичного знака, растворяют в химическом стакане дистиллированной водой при перемешивании, охлаждают до 20°C и переносят в мерную колбу вместимостью $1\,000 \text{ см}^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в закрытой емкости из полимерного материала при комнатной температуре не более 6 месяцев.

При наличии видимого осадка или помутнения раствор применению не подлежит.

7.3.6 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2 \text{ I}_2) = 0,0333 \text{ моль/дм}^3$

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 $1\,000 \text{ см}^3$.

Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2 \text{ I}_2) = 0,0333 \text{ моль/дм}^3$ может быть осуществлено из стандарт-титра для приготовления 0,1 н. раствора йода. Для этого в мерной колбе готовят раствор йода 0,1 н. в соответствии с информацией на упаковке стандарт-титров. Полученный раствор объемом 500 см^3 без потерь переносят в чистую сухую бутылку для хранения объемом $1\,500$ — $2\,000 \text{ см}^3$. Затем этой же мерной колбой в бутылку добавляют $1\,000 \text{ см}^3$ дистиллированной воды.

Поправочный коэффициент раствора йода устанавливают не реже одного раза в 10 суток по раствору тиосульфата натрия, приготовленному в соответствии с 7.3.8. Для проверки титра йода в коническую колбу вместимостью 250 см^3 добавляют 20 см^3 раствора йода и титруют раствором тиосульфата натрия от первоначального бурого цвета до соломенно-желтого. Затем прибавляют $2,5 \text{ см}^3$ раствора крахмала массовой долей 1 %, приготовленного в соответствии с 7.3.7, и дотитровывают до обесцвечивания. Поправочный коэффициент $K_{\text{й}}$ вычисляют по формуле

$$K_{\text{й}} = \frac{V_1 \cdot K_{\text{г}}}{20}, \quad (1)$$

где V_1 — количество гипосульфита (по 7.3.8), израсходованное на титрование 20 см^3 раствора йода, см^3 ;

$K_{\text{г}}$ — поправочный коэффициент для раствора гипосульфита (по 7.3.8);

20 — раствор йода, взятый для определения титра, см^3 .

Раствор хранят в посуде из темного стекла с шлифованной пробкой при комнатной температуре не более трех месяцев.

7.3.7 Приготовление раствора крахмала массовой долей 1 %

Растирают 1,0 г крахмала в фарфоровой ступке с 25 см^3 дистиллированной воды. Полученное крахмальное молоко вливают в 74 см^3 кипящей воды. Раствор готовят в день проведения анализа.

7.3.8 Приготовление раствора тиосульфата натрия (серноватистокислого натрия) молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,0333 \text{ моль/дм}^3$

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 $1\,000 \text{ см}^3$. Поправочный коэффициент раствора устанавливают каждые 10 суток по раствору бихромата калия молярной концентрации $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,0333 \text{ моль/дм}^3$ может быть осуществлено из стандарт-титра для приготовления 0,1 н. раствора тиосульфата натрия. Для этого в мерной колбе готовят раствор тиосульфата натрия 0,1 н. в соответствии с информацией на упаковке стандарт-титров. Полученный раствор объемом $1\,000 \text{ см}^3$ без потерь переносят в чистую сухую бутылку для хранения объемом не менее $3\,000 \text{ см}^3$. Затем этой же мерной колбой в бутылку добавляют $2\,000 \text{ см}^3$ дистиллированной воды, раствор перемешивают. Поправочный коэффициент раствора устанавливают каждые 10 суток по раствору бихромата калия молярной концентрации $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Для установления титра рабочего раствора тиосульфата натрия 15 см³ раствора бихромата калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ наливают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 1 г химически чистого йодистого калия, добавляют около 15 см³ раствора соляной кислоты, приготовленной по 7.3.10, хорошо перемешивают, накрывают часовым стеклом и дают постоять в темноте 5 мин. После этого оттитровывают бурый раствор до светло-желтого цвета тиосульфатом натрия с молярной концентрацией 0,0333 моль/дм³, добавляют 2,5 см³ 1 %-ного раствора крахмала по 7.3.7 и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло-зеленую.

На титрование 15 см³ 0,1М раствора бихромата калия должно пойти 45 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией 0,0333 моль/дм³.

Поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия K_T вычисляют по формуле

$$K_T = \frac{45}{V_2}, \quad (2)$$

где V_2 — количество гипосульфита (по 7.3.8), израсходованное на титрование 15 см³ раствора бихромата калия (по 7.3.9);

45 — объем раствора тиосульфата натрия (по 7.3.8), необходимый для титрования 15 см³ раствора бихромата калия (по 7.3.9), если поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия с концентрацией 0,0333 моль/дм³ равен 1.

Раствор хранят в посуде из темного стекла при комнатной температуре не более трех месяцев.

7.3.9 Приготовление раствора бихромата калия (двуххромовокислого калия) молярной концентрации $c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0,1$ моль/дм³

Растворяют 4,903 г высушенного при 150 °С бихромата калия в дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до 1 000 см³.

Приготовление раствора бихромата калия может быть осуществлено из стандарт-титра в соответствии с информацией на упаковке.

7.3.10 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl) = 2$ моль/дм³

Отмеренный цилиндром объем концентрированной соляной кислоты (82 см³ плотностью 1,19 г/см³) осторожно вливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, содержащую 200—300 см³ дистиллированной воды, охлаждают до 20 °С и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в закрытой емкости при комнатной температуре составляет не более шести месяцев.

7.3.11 Приготовление 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина

Навеску фенолфталеина массой 1,00 г растворяют в 70—80 см³ 90 %-ного этилового спирта в мерной колбе вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки 90 %-ным этиловым спиртом. Раствор хранят в плотно закупоренном стеклянном флаконе при комнатной температуре не более 12 месяцев.

7.3.12 Подготовка проб

7.3.12.1 Приготовление исходного раствора белого сахара

Взвешивают 40 г белого сахара с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

7.3.12.2 Приготовление исходного раствора сахара-сырца

Взвешивают 40 г сахара-сырца с точностью до второго десятичного знака, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, осветляют нейтральным раствором уксуснокислого свинца в количестве от 1,0 до 4,0 см³, добавляя реактив небольшими порциями до тех пор, пока не выпадет осадок. Доводят объем дистиллированной водой до метки, взбалтывают, выдерживают 2—3 мин и фильтруют через бумажный фильтр, покрывая фильтровальную воронку часовым стеклом во избежание испарения и изменения концентрации раствора. Отбирают пипеткой 50 см³ фильтрата, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют раствор углекислого натрия Na_2CO_3 с массовой долей 10 % 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.

7.4 Проведение испытания

7.4.1 Отбирают 20 см³ исходного раствора, приготовленного по 7.3.12.2, что соответствует 2 г сахара-сырца, или 50 см³ исходного раствора, приготовленного по 7.3.12.1, что соответствует 10 г белого сахара.

Если содержание редуцирующих веществ во взятом объеме раствора сахара-сырца превышает 25 г, отбирают меньший объем раствора, приготовленного по 7.3.12.2.

Раствор помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (при анализе сахара-сырца содержимое колбы нейтрализуют раствором уксусной кислоты молярной концентрации $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 5 \text{ моль/дм}^3$ в присутствии индикатора фенолфталеина). Объем раствора доводят дистиллированной водой до 100 см³, прибавляют 10 см³ реактива Мюллера, перемешивают и помещают колбу с раствором в кипящую водяную баню на 10 мин $\pm$ 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 проточной воды без взбалтывания.

После кипячения раствор должен иметь синюю (грязно-синюю, сине-фиолетовую) окраску. Если раствор оранжевой окраски, опыт повторяют с меньшим количеством фильтрата.

К охлажденному раствору прибавляют 5 см³ раствора уксусной кислоты молярной концентрации $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 5 \text{ моль/дм}^3$ и сразу же раствор йода молярной концентрации $c(1/2 \text{ I}_2) = 0,0333 \text{ моль/дм}^3$ в количестве от 20 до 40 см³ (V_3). 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. По истечении времени смесь титруют раствором серноватистокислого натрия, приготовленным по 7.3.8, до достижения светло-желтой (соломенной) окраски, добавляют 2 см³ 1 %-ного раствора крахмала, приготовленного по 7.3.7, и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора и перехода в голубовато-зеленоватую окраску. Записывают объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование (V_4). 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.

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

7.5 Обработка результатов

7.5.1 При вычислении массовой доли редуцирующих веществ принимают, что 1 см³ раствора йода ($0,0333 \text{ I}_2 \text{ моль/дм}^3$) соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

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

$$X_1 = \frac{(V_3 \cdot K_{\text{й}} - V_4 \cdot K_{\text{г}}) - K}{m \cdot 1\,000} \cdot 100, \quad (3)$$

где V_3 — количество раствора йода, израсходованное на испытание, см³ (по 7.3.6);

V_4 — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см³ (по 7.3.8);

$K_{\text{й}}$ — поправочный коэффициент раствора йода;

$K_{\text{г}}$ — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

K — сумма поправок на расход раствора йода на восстановление сахарозы (из расчета 0,2 см³ 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 7.4.1);

1 000 — коэффициент перерасчета граммов в миллиграммы.

Сумму поправок K , см^3 , вычисляют по формуле

$$K = \frac{0,2 \cdot m \cdot X}{100} + (V_3 \cdot K_{\text{Й}} - V_{4\text{М}} \cdot K_{\text{Г}}) + (V_3 \cdot K_{\text{Й}} - V_{4\text{БН}} \cdot K_{\text{Г}}), \quad (4)$$

где 0,2 — расход раствора йода на восстановление 1 г сахарозы, $\text{см}^3/\text{г}$;

m — масса навески, г (по 7.4.1);

X — массовая доля сахарозы, %;

V_3 — количество раствора йода, см^3 (по 7.3.6);

$K_{\text{Й}}$ — поправочный коэффициент раствора йода;

$V_{4\text{М}}$ — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование при контрольном определении, см^3 (по 7.3.8);

$K_{\text{Г}}$ — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия (по 7.3.8);

$V_{4\text{БН}}$ — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование в опыте без нагревания, см^3 (по 7.3.8).

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,002 %.

Если расхождение превышает эту величину, испытание повторяют.

7.5.2 Предел повторяемости r составляет 0,002 %. Абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P = 95$ %, не должно превышать предел повторяемости.

Предел воспроизводимости R составляет 0,004 %. Абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 95$ %, не должно превышать предел воспроизводимости.

Допустимая абсолютная погрешность результата анализа составляет 0,004 % при доверительной вероятности $P = 95$ %.

8 Йодометрический метод определения редуцирующих веществ с применением реактива Офнера

8.1 Сущность метода

Метод основан на восстановлении ионов меди Cu^{2+} из реактива Офнера до гемииоксида меди Cu_2O редуцирующими веществами анализируемого раствора сахара, окислении полученной одновалентной меди раствором йода. Количество израсходованного на окисление меди раствора йода определяется по разности добавленного объема раствора йода и объема, не вступившего в реакцию, который устанавливается при титровании раствором серноватистокислого натрия в присутствии индикатора крахмала.

Метод применим для белого сахара в диапазоне измерений массовой доли редуцирующих веществ от 0,01 % до 0,04 %.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 специального класса точности (условное обозначение I) с максимальной нагрузкой до 520 г, обеспечивающие предел допускаемой погрешности $\pm 0,005$ г.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 специального класса точности (условное обозначение I) с максимальной нагрузкой до 320 г, обеспечивающие предел допускаемой погрешности $\pm 0,0005$ г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения от 0 °C до 100 °C, с ценой деления 0,5 °C по ГОСТ 28498.

Часы по ГОСТ 27752, или по ГОСТ 3145, или по ГОСТ 23350, или по ГОСТ 10733.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения $\pm 0,5$ °С.

Баня водяная с электрическим или водяным подогревом.

Стакан В/Н/-1/2/-150 (1000) ТС по ГОСТ 25336.

Воронка В-100-150 ТС по ГОСТ 25336.

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

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100 (500, 1000)-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1(2)-1(2)-2-1 (25) по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-2-50 (100) по ГОСТ 29169.

Бюретка стеклянная 1-1(3)-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Ступка фарфоровая 3 с пестиком 1 по ГОСТ 9147.

Стекло часовое.

Палочка стеклянная.

Керамика пористая.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф, фильтр обеззоленный (синяя лента) по ГОСТ 12026.

Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 11773.

Медь II сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, ч. д. а.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84, ч. д. а.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, ч. д. а. или стандарт-титр 0,1 моль/дм³.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а.

Натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч. д. а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды 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.

8.3 Подготовка к испытанию

8.3.1 Приготовление реактива Офнера

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 тонко измельченного 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 см³. 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 1 000 см³ 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.

8.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³

Отмеренный цилиндром объем концентрированной соляной кислоты (82 см³ плотностью 1,19 г/см³) осторожно вливают в мерную колбу вместимостью 1 000 см³, содержащую 200—300 см³ дистиллированной воды, охлаждают до 20 °С и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в закрытой емкости при комнатной температуре составляет не более шести месяцев.

8.3.3 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2 I_2) = 0,0323$ моль/дм³

Взвешивают 4,10 г йода в стаканчике для взвешивания с крышкой, пластмассовой ложечкой переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см³, добавляют 25 см³ водного раствора, содержащего 20 г йодистого калия, тщательно перемешивают до полного растворения йода и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 000 см³, энергично взбалтывают.

Поправочный коэффициент раствора йода устанавливают не реже одного раза в 10 суток по раствору тиосульфата натрия молярной концентрации $c(1/2 Na_2S_2O_3) = 0,0323$ моль/дм³ (см. 8.3.5). Для проверки титра йода в коническую колбу вместимостью 250 см³ добавляют 20 см³ раствора йода и титруют раствором тиосульфата натрия от первоначального бурого цвета до соломенно-желтого. Затем прибавляют 2,5 см³ раствора крахмала массовой долей 1 %, приготовленного в соответствии с 8.3.6, и дотитровывают до обесцвечивания. Поправочный коэффициент $K_{\text{й}}$ вычисляют по формуле

$$K_{\text{й}} = \frac{V_1 \cdot K_{\text{г}}}{20}, \quad (5)$$

где V_1 — количество гипосульфита (по 8.3.5), израсходованное на титрование 20 см³ раствора йода, см³;

$K_{\text{г}}$ — поправочный коэффициент для раствора гипосульфита (по 8.3.5);

20 — раствор йода, взятый для определения титра, см³.

Раствор хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой при комнатной температуре не более трех месяцев.

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

8.3.4 Приготовление раствора бихромата калия (двухромовокислого калия) молярной концентрации $c(1/6 K_2Cr_2O_7) 0,1$ моль/дм³

Растворяют 0,981 г бихромата калия в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 200 см³.

Приготовление раствора бихромата калия может быть осуществлено из стандарт-титра в соответствии с информацией на упаковке.

8.3.5 Приготовление раствора тиосульфата натрия (серноватистокислого натрия) молярной концентрации $c(1/2 Na_2S_2O_3) = 0,0323$ моль/дм³

Растворяют 8,00 г тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ в 100 см³ свежeproкипяченной воды, прибавляют 3 см³ изобутилового спирта, тщательно перемешивают и доводят дистиллированной водой до 1 000 см³.

Поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия устанавливают через 10 суток по раствору бихромата калия молярной концентрации $c(1/6 K_2Cr_2O_7) 0,1$ моль/дм³, приготовленному по 8.3.4. 15 см³ двухромовокислого калия молярной концентрации $c(1/6 K_2Cr_2O_7) 0,1$ моль/дм³ переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 1 г йодистого калия, затем добавляют около 15 см³ раствора соляной кислоты, приготовленного по 7.3.10, хорошо перемешивают, накрывают часовым стеклом и дают постоять в темноте 5 мин. После этого оттитровывают полученный раствор бурого цвета раствором тиосульфата натрия молярной концентрации $c(1/2 Na_2S_2O_3) = 0,0323$ моль/дм³ до светло-желтого (соломенного) цвета, добавляют 2 см³ 1 %-ного раствора крахмала и дотитровывают до исчезновения светло-желтой окраски соединения йода с крахмалом и перехода ее в зеленую окраску трехвалентного хрома.

На титрование 15 см³ раствора двухромовокислого калия молярной концентрации $c(1/6 K_2Cr_2O_7) 0,1$ моль/дм³ должно пойти 46,5 см³ раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³.

Если на титрование раствора двухромовокислого калия пошло другое количество серноватистокислого натрия, то его поправочный коэффициент $K_{\text{г}}$ определяют по формуле

$$K_{\text{г}} = \frac{46,5}{V_2}, \quad (6)$$

где V_2 — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованного на титрование 15 см³ раствора двухромовокислого калия молярной концентрации $c(1/6 K_2Cr_2O_7)$ 0,1 моль/дм³, см³.

Раствор тиосульфата натрия хранят в посуде из темного стекла с пришлифованной пробкой при комнатной температуре не более трех месяцев.

8.3.6 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1 %

Растирают 1 г крахмала в фарфоровой ступке с 25 см³ дистиллированной воды и полученное крахмальное молоко вливают в 74 см³ кипящей воды. Раствор готовят в день проведения анализа.

8.3.7 Подготовка проб

Исходные растворы белого сахара готовят по 7.3.12.1.

8.4 Проведение испытаний

Отбирают 50 см³ исходного раствора, приготовленного по 8.3.7 (что соответствует 10 г белого сахара).

Если содержание редуцирующих веществ во взятом объеме раствора превышает 20 мг, то отбирают меньший объем раствора, приготовленного по 8.3.7.

Раствор помещают в коническую колбу, добавляют 50 см³ реактива Офнера и дистиллированную воду до общего объема 100 см³, 2—3 кусочка пористой керамики (для равномерного кипения), ставят на электроплитку и в течение примерно 4 мин доводят до кипения. Содержимое колбы кипятят на медленном огне 5 мин, периодически перемешивая, затем охлаждают быстрым погружением колбы в холодную воду без взбалтывания во избежание соприкосновения осадка окиси меди с кислородом воздуха.

Затем добавляют 1 см³ ледяной уксусной кислоты, избыток (от 10 до 25 см³) раствора йода молярной концентрации 0,0323 моль/дм³ и 15 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм³.

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.

По истечении времени смесь титруют раствором серноватистокислого натрия, приготовленным по 8.3.5, до достижения светло-желтой (соломенной) окраски, добавляют 2 см³ 1 %-ного раствора крахмала, приготовленного по 8.3.6, и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора и перехода в голубовато-зеленоватую окраску. Записывают объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование (V_4).

8.5 Обработка результатов

8.5.1 При вычислении массовой доли редуцирующих веществ принимают, что 1 см³ раствора йода (0,0323 моль/дм³) соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

Массовую долю редуцирующих веществ X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_3 \cdot K_{\text{й}} - V_4 \cdot K_{\text{р}}) - K_3}{m \cdot 1000} \cdot 100, \quad (7)$$

где V_3 — избыточное количество раствора йода, израсходованное на испытание, см³ (по 8.3.3);

V_4 — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см³ (по 8.3.5);

$K_{\text{й}}$ — поправочный коэффициент раствора йода;

$K_{\text{р}}$ — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

K — поправка на расход раствора йода (на 1 г сахарозы расходуется 0,1 см³ раствора йода);

100 — коэффициент перерасчета в проценты;

m — масса навески, г (по 8.3.7);

1 000 — коэффициент перерасчета граммов в миллиграммы.

Поправку на расход раствора йода K вычисляют по формуле

$$K = \frac{0,1 \cdot m \cdot X}{100}, \quad (8)$$

где 0,1 — расход раствора йода на 1 г сахарозы, см³/г;

m — масса навески, г (по 8.3.7);

X — массовая доля сахарозы, %.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,002 %.

8.5.2 Предел повторяемости r составляет 0,001 %. Абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности $P = 95$ %, не должно превышать предел повторяемости.

Предел воспроизводимости R составляет 0,002 %. Абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 95$ %, не должно превышать предел воспроизводимости.

Допустимая абсолютная погрешность результата анализа составляет 0,002 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

9 Определение массовой доли редуцирующих веществ в пересчете на сухое вещество

9.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении массовой доли редуцирующих веществ в образце сахара в пересчете на сухое вещество расчетным путем, исходя из массовой доли сухих веществ в испытуемой пробе.

9.2 Массовую долю редуцирующих веществ в пересчете на сухое вещество X_3 , %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{X_1(X_2)}{CB} \cdot 100, \quad (9)$$

где $X_1(X_2)$ — массовая доля редуцирующих веществ по результатам испытаний по разделу 7 или 8, %;

CB — массовая доля сухих веществ в испытуемой пробе по ГОСТ 12570, %;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

УДК 664.11/12:543.242.3:006.354

МКС 67.180.10

Ключевые слова: белый сахар, сахар-сырец, редуцирующие вещества, реактив Мюллера, реактив
Офнера

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 23.05.2025. Подписано в печать 28.05.2025. Формат 60×84¹/₁₆. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,42.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru