

ГОСТ 5672—68

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ХЛЕБ И ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ САХАРА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2006

ХЛЕБ И ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ**Методы определения массовой доли сахара****ГОСТ
5672—68**Bread and bakery products.
Methods for determination of sugar contentМКС 67.060
ОКСТУ 9109

Дата введения 1969—07—01

Настоящий стандарт распространяется на хлеб, булочные, бараночные, сухарные изделия, хрустящие хлебцы, соломку и устанавливает методы определения в них массовой доли сахара:

- а) перманганатный;
- б) ускоренный, йодометрический;
- в) ускоренный горячего титрования.

Применение методов предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на указанные изделия.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

1 ОТБОР ОБРАЗЦОВ И ПОДГОТОВКА ИХ К ИСПЫТАНИЮ

1.1 Отбор образцов производят по ГОСТ 5667, ГОСТ 7128, ГОСТ 8494, ГОСТ 11270 и ГОСТ 9846.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1.2 Из лабораторного образца выделяют для определения сахара не менее 300 г изделий.

В изделиях, у которых мякиш ограничен и легко отделяется от корки, например хлеб, булки, халы, сдоба (за исключением слойки), анализируют только мякиш. В остальных изделиях (баранки, сухари и т. п.) анализируют весь образец (с коркой).

Из изделий удаляют все включения (повидло, варенье, изюм и пр.) и поверхностную отделку (обсыпку сахаром, маком и т. д.).

После удаления корки и включений изделия тщательно измельчают и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г.

Часы песочные на 5 и 8 мин.

Баня водяная.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Цилиндры мерные исполнений 1 и 3, вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770.

Колбы мерные исполнений 1 и 3, 2-го класса точности, вместимостью 100, 200, 250 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 и 50 см³.

Капельница лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, 15 %-ный раствор (150 г в 1 дм³ раствора).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 20 %-ный раствор (496 см³ соляной кислоты разводят водой и доводят объем до 1 дм³).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 4 %-ный водный раствор (40 г NaOH в 1 дм³ раствора) и 10 %-ный раствор или калия гидроокись по ГОСТ 24363, 5,6 %-ный водный раствор (56 г в 1 дм³ раствора) и 10 %-ный раствор.

Метиловый красный, 0,2 %-ный раствор (0,2 г метилового красного растворяют в 60 см³ этилового спирта и доводят водой до 100 см³).

Спирт этиловый по ГОСТ 5962*.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования, лабораторной посуды и реактивов, метрологические характеристики которых соответствуют указанным параметрам.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

1.4 Для приготовления водной вытяжки навеску продукта, взвешенную с погрешностью не более 0,05 г, переносят при помощи воронки в мерную колбу вместимостью 200 и 250 см³, навеску продукта берут с таким расчетом, чтобы концентрация сахара в растворе была около 0,5 %. Для удобства расчета величину массы навески находят по табл. 1.

В колбу приливают на $\frac{2}{3}$ объема воду и оставляют стоять 5 мин при частом взбалтывании. После этого в колбу приливают 10 см³ 15 %-ного раствора сернокислого цинка и 10 см³ 4 %-ного раствора гидроокиси натрия (или 5,6 %-ного раствора гидроокиси калия), хорошо перемешивают, доводят водой до метки, снова перемешивают и оставляют стоять 15 мин. Отстоявшуюся жидкость фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу.

Т а б л и ц а 1

| Предполагаемая массовая доля сахара в пересчете на сухое вещество, % | Масса мякиша, г, в мерной колбе вместимостью, см ³ | | Предполагаемая массовая доля сахара в пересчете на сухое вещество, % | Масса мякиша, г, в мерной колбе вместимостью, см ³ | |
|---|--|-----|---|--|-----|
| | 200 | 250 | | 200 | 250 |
| 2—5 | 25 | 30 | 11—15 | 8 | 10 |
| 6—10 | 12,5 | 15 | 16—20 | 6 | 7 |

1.5 Для гидролиза сахарозы 50 см³ полученного фильтрата отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и прибавляют к нему 5 см³ 20 %-ной соляной кислоты. Колбу погружают в нагретую до 70 °С водяную баню и выдерживают 8 мин при этой температуре. Затем содержимое колбы быстро охлаждают до комнатной температуры (20±4) °С, нейтрализуют углекислым натрием или углекислым кислым натрием или 10 %-ным раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия по метилому красному до появления желто-розового окрашивания. После доведения до метки содержимое колбы хорошо перемешивают и берут полученный раствор для анализа в количестве, предусмотренном в каждом описанном ниже методе.

1.4, 1.5 **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

2 ПЕРМАНГАНАТНЫЙ МЕТОД

Метод основан на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочном растворе окисную медь в закисную.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Определение массовой доли сахара проводят путем восстановления окисного железа закисью меди и последующего титрования закиси железа перманганатом.

2.1 А п п а р а т у р а, м а т е р и а л ы и р е а к т и в ы

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.1.1 Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,05 г.

Часы песочные на 1 и 3 мин.

Баня водяная.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

С. 3 ГОСТ 5672—68

Термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498.

Трубки Аллина (для приготовления асбестового фильтра).

Вата стеклянная.

Волокно асбестовое.

Палочки стеклянные.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Колбы мерные исполнений 1 и 3, 2-го класса точности, вместимостью 100, 200 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Колбы с тубусом по ГОСТ 25336, вместимостью 250 и 500 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 100 и 250 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 2, 5, 10 и 20 см³.

Бюретки вместимостью 25 или 50 см³.

Чашки выпарные по ГОСТ 25336, вместимостью 200 см³.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или насос вакуумный Комовского.

Штатив лабораторный.

Зажим винтовой.

Медь серноокислая по ГОСТ 4165, водный раствор; 40 г чистой кристаллической соли CuSO₄·5H₂O в 1 дм³ раствора.

Квасцы железоаммонийные, водный раствор; 86 г квасцов (окисных) растворяют в воде, осторожно добавляют 200 г (108 см³) серной кислоты и разводят водой до 1 дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,1 моль/дм³ раствор; 3,16 г KMnO₄ растворяют в прокипяченной, еще горячей дистиллированной воде. Приготовленный таким образом раствор может быть пущен в употребление уже на следующий день.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, х. ч. или ч. д. а.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х. ч. или ч. д. а.

Натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839, х. ч. или ч. д. а.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, щелочной раствор, растворяют в воде 200 г калия-натрия виннокислого и 150 г гидроокиси натрия или 210 г гидроокиси калия, затем сливают вместе и доводят объем в мерной колбе до 1 дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования, лабораторной посуды и реактивов, метрологические характеристики которых соответствуют указанным параметрам.

2.2 Подготовка к испытанию

Для установления титра раствора марганцовокислого калия на аналитических весах отвешивают около 0,140 г щавелевокислого аммония и нагревают в фарфоровой чашке со 100 см³ воды и 2 см³ концентрированной серной кислоты на водяной бане до температуры 60—80 °С, употребляя вместо палочки для размешивания термометр, и титруют из бюретки раствором марганцовокислого калия при постоянном помешивании до розового окрашивания.

Титр раствора марганцовокислого калия по меди (T) в мг/см³ вычисляют по следующей формуле

$$T = \frac{m \cdot 0,8951}{V} \cdot 1000,$$

где m — масса щавелевокислого аммония, г;

V — объем раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование, см³;

0,8951 — коэффициент пересчета щавелевокислого аммония на медь.

Примечание — Титр раствора марганцовокислого калия устанавливают также по щавелевокислому натрию (предварительно освобожденному от гигроскопической воды путем нагревания при 120 °С) или по свежеперекристаллизованной щавелевой кислоте с соблюдением той же техники работы, что и при щавелевокислом аммонии. При вычислении титра, в случае применения щавелевокислого натрия, следует вместо коэффициента 0,8951 в формулу вводить 0,9488, а в случае щавелевой кислоты — 1,0086.

При отсутствии резких колебаний температур титр раствора марганцовокислого калия допускается проверять раз в 3 мес.

2.1.1, 2.2 (Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

2.3 Проведение анализа

2.3.1 В коническую колбу отмеривают пипеткой 20 см³ испытуемого раствора, приготовленного по пп. 1.4 и 1.5, 20 см³ 4 %-ного раствора сернокислой меди и 20 см³ щелочного раствора калия-натрия виннокислого и нагревают до кипения. Кипятят ровно 3 мин с момента образования пузырьков, следя за тем, чтобы кипение не происходило бурно, снимают с огня и дают осадку осесть. Жидкость над осадком должна быть ярко-синей (в случаях обесцвечивания жидкости, что указывает на чрезмерно большую концентрацию сахара в испытуемом растворе, определение следует повторить при большем разведении испытуемого раствора). Жидкость фильтруют через асбестовый фильтр, стремясь не переносить самого осадка на фильтр. Осадок в колбе и на фильтре промывают несколько раз горячей водой.

Осадок закиси меди должен быть все время покрыт жидкостью и не приходить в соприкосновение с воздухом.

Окончив промывание, воронку с фильтром переносят на другую чистую отсасывательную колбу. Осадок закиси меди растворяют в колбочке 20 см³ раствора железоаммонийных квасцов. Раствор сливают на фильтр, дают несколько минут постоять для растворения осадка, а затем медленно фильтруют отсасыванием. Колбочку и фильтр промывают несколько раз холодной водой (до отсутствия кислой реакции).

Полученный зеленоватый раствор в колбе для отсасывания титруют перманганатом до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего при стоянии в течение 1 мин.

Израсходованное на титрование количество кубических сантиметров раствора перманганата умножают на его титр по меди (T) и по табл. 2 находят количество сахарозы (m_1).

Т а б л и ц а 2

мг

| Масса сахарозы | Масса меди | Масса сахарозы | Масса меди | Масса сахарозы | Масса меди |
|----------------|------------|----------------|------------|----------------|------------|
| 9,50 | 20,6 | 38,95 | 79,5 | 67,45 | 130,8 |
| 10,45 | 22,6 | 39,90 | 81,2 | 68,40 | 132,4 |
| 11,40 | 24,6 | 40,85 | 83,0 | 69,35 | 134,0 |
| 12,35 | 26,5 | 41,80 | 84,8 | 70,30 | 135,6 |
| 13,30 | 28,5 | 42,75 | 86,5 | 71,25 | 137,2 |
| 14,25 | 30,5 | 43,70 | 88,3 | 72,20 | 138,9 |
| 15,20 | 32,5 | 44,65 | 90,1 | 73,15 | 140,5 |
| 16,15 | 34,5 | 45,60 | 91,9 | 74,10 | 142,1 |
| 17,10 | 36,4 | 46,55 | 93,6 | 75,05 | 143,7 |
| 18,05 | 38,4 | 47,50 | 95,4 | 76,00 | 145,3 |
| 19,00 | 40,4 | 48,45 | 97,1 | 76,95 | 146,9 |
| 19,95 | 42,3 | 49,40 | 98,9 | 77,90 | 148,5 |
| 20,90 | 44,2 | 50,35 | 100,6 | 78,85 | 150,0 |
| 21,85 | 46,1 | 51,30 | 102,3 | 79,80 | 151,6 |
| 22,80 | 48,0 | 52,25 | 104,0 | 80,75 | 153,2 |
| 23,75 | 49,8 | 53,20 | 105,7 | 81,70 | 154,8 |
| 24,70 | 51,7 | 54,15 | 107,4 | 82,65 | 156,4 |
| 25,65 | 53,6 | 55,10 | 109,2 | 83,60 | 157,9 |
| 26,60 | 55,5 | 56,05 | 110,9 | 84,55 | 159,5 |
| 27,55 | 57,4 | 57,00 | 112,6 | 85,50 | 161,1 |
| 28,50 | 59,3 | 57,95 | 114,3 | 86,45 | 162,6 |
| 29,45 | 61,1 | 58,90 | 115,2 | 87,40 | 164,2 |
| 30,40 | 63,0 | 59,85 | 117,6 | 88,35 | 165,7 |
| 31,35 | 64,8 | 60,80 | 119,2 | 89,30 | 167,3 |
| 32,30 | 66,7 | 61,75 | 120,9 | 90,25 | 168,8 |
| 33,25 | 68,5 | 62,70 | 122,6 | 91,20 | 170,3 |
| 34,20 | 70,3 | 63,65 | 124,2 | 92,15 | 171,9 |
| 35,15 | 72,2 | 64,60 | 125,9 | 93,10 | 173,4 |
| 36,10 | 74,0 | 65,55 | 127,5 | 94,05 | 175,0 |
| 37,05 | 75,9 | 66,50 | 129,2 | 95,00 | 176,5 |
| 38,00 | 77,7 | | | | |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

С. 5 ГОСТ 5672—68

2.4 Обработка результатов

Массовую долю сахара в испытуемом продукте в процентах (X) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100 \cdot 2}{m \cdot 20 \cdot 1000} \cdot \frac{100}{100 - W},$$

где m_1 — масса сахарозы, мг, найденная по табл. 2;

V — объем мерной колбы, взятый для приготовления водной вытяжки (п. 1.4) (200 или 250 см³);

m — масса испытуемого продукта, г;

20 — объем испытуемого раствора, взятый для определения сахара, см³;

W — массовая доля влаги в исследуемом материале, определенная по ГОСТ 21094;

1000 — перевод мг сахарозы в г;

2 — двойное разведение вытяжки при проведении гидролиза сахарозы.

Вычисление производят до 0,1 %.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % в одной лаборатории и 1 % в разных.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

3 УСКОРЕННЫЙ ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода основана на определении количества окисной меди до и после восстановления щелочного раствора меди сахаром. Учет окисной меди производят йодометрически.

3.1 Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1 Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г.

Часы песочные на 2 и 3 мин.

Баня водяная.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498.

Колбы мерные исполнений 1 и 3, 2-го класса точности, вместимостью 500 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 50 и 250 см³.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 20 см³.

Бюретки вместимостью 25 или 50 см³.

Штатив лабораторный.

Установка из микропипеток с тонко оттянутыми кончиками и затворами из бус для отмеривания раствора сернокислой меди и титрованного раствора тиосульфата натрия, смонтированная на лабораторном штативе, или микробюретки. Цена деления микропипеток и микробюреток должна быть не более 0,02 см³.

Склянка с микропипетками, закрепленными в резиновых пробках, для растворов калия-натрия виннокислого, йодистого калия и серной кислоты. Объем склянок для реактивов 200—300 см³.

Специальная крышка для бани с холодной водой.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, 6,9 %-ный раствор; 69 г перекристаллизованной сернокислой меди, отвешенной с точностью до 0,1 г, растворяют водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, щелочной раствор; 346 г кристаллического калия-натрия виннокислого отвешивают с точностью до 0,5 г, растворяют при легком нагревании в 400—500 см³ воды и фильтруют; 100 г гидроокиси натрия по ГОСТ 4328 растворяют в 200—300 см³ воды. Оба раствора смешивают в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и после охлаждения доливают водой до метки.

Кислота серная по ГОСТ 4204, 25 %-ный раствор; один объем концентрированной серной кислоты смешивают с шестью объемами воды.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, 30 %-ный раствор; 30 г йодистого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор; 1 г крахмала смешивают вначале с небольшим количеством (около 20 см³) насыщенного раствора хлористого натрия или калия, затем вливают в доведенный до кипения насыщенный раствор соли (примерно 80 см³) с таким расчетом, чтобы общий объем был равен 100 см³, кипятят около 1 мин и охлаждают. Такой раствор хранится длительное время без изменения.

Натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, 0,1 моль/дм³ раствор; 25 г тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O) растворяют в свежeproкипяченной и охлажденной без доступа углекислоты дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³. К полученному раствору прибавляют 0,1 г углекислого натрия (Na₂CO₃), оставляют стоять в течение суток и устанавливают титр по 0,1 н. раствору двуххромовокислого калия.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 4 %-ный и 10 %-ный водные растворы или калия гидроокись по ГОСТ 24363 5,6 %-ный и 10 %-ный водные растворы.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, 0,1 моль/дм³ раствор; 4,9036 г дважды перекристаллизованного и высушенного при 150 °С K₂Cr₂O₇ растворяют в воде и доводят раствор до 1 дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 20 %-ный раствор; 496 см³ соляной кислоты доводят водой до объема 1 дм³.

Натрий углекислый (Na₂CO₃) по ГОСТ 83 или натрий углекислый кислый (NaHCO₃) по ГОСТ 4201.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования, лабораторной посуды и реактивов, метрологические характеристики которых соответствуют указанным параметрам.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.2 Подготовка к анализу

Для установления титра раствора тиосульфата натрия в колбу с притертой пробкой или в обычную колбу, закрывающуюся часовым стеклом, из бюретки или пипеткой приливают точно 20 см³ 0,1 моль/дм³ раствора двуххромовокислого калия, доливают водой примерно до 100 см³, прибавляют при помешивании 4 см³ концентрированной серной кислоты и 4 см³ 30 %-ного йодистого калия. Колбу закрывают пробкой или часовым стеклом и оставляют в темном месте на 2—3 мин, затем титруют раствором тиосульфата натрия, все время интенсивно перемешивая жидкость, пока коричневый цвет раствора не перейдет в светло-желтый, прибавляют 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски и перехода ее в зеленую.

Поправочный коэффициент к точно 0,1 моль/дм³ раствору находят по формуле

$$K = \frac{20}{V},$$

где K — поправка к титру;

V — объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, см³.

3.3 Проведение анализа

3.3.1 В коническую колбу вместимостью около 50 см³ отмеривают 3 см³ вытяжки и 1 см³ 6,9 %-ного раствора сернокислой меди.

Вследствие того, что точные показатели получаются в том случае, когда разность результатов титрования в контрольном и основном определениях находится в пределах 0,7—1,2 см³ 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, вытяжки с высокой массовой долей сахара берут в объеме 1 см³ и добавляют 2 см³ дистиллированной воды или проводят предварительное дополнительное разведение вытяжки. Затем к указанному объему вытяжки приливают 1 см³ щелочного раствора калия-натрия виннокислого и кипятят на электроплитке точно 2 мин с момента закипания. Затем охлаждают до комнатной температуры (20±4) °С на водяной бане со специально сконструированной крышкой, позволяющей быстро погружать колбочки в холодную воду и отводить их в специальные гнезда.

Титрование избытка окисной меди проводят следующим образом: в колбочку вносят 1 см³ 30 %-ного йодистого калия и 1 см³ 25 %-ной серной кислоты и титруют выделившийся йод при постоянном помешивании 0,1 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия до светло-желтого окра-

С. 7 ГОСТ 5672—68

шивания, затем прибавляют 3—4 капли 1 %-ного растворимого крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. В тех же условиях проводят контрольный опыт, заменяя вытяжки 3 см³ дистиллированной воды.

Разность результатов титрования, полученных в контрольном опыте и при определении сахара в вытяжке, умноженная на поправку к титру, показывает количество восстановленной меди, выраженное в миллилитрах 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия.

Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования, лабораторной посуды и реактивов, метрологические характеристики которых соответствуют указанным параметрам.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4 Обработка результатов

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.1 Для пересчета количества 0,1 моль/дм³ тиосульфата натрия, соответствующего количеству восстановленной меди, на сахар пользуются следующими коэффициентами, установленными экспериментальным путем:

- глюкоза — 3,3;
- фруктоза — 3,7;
- сахароза — 3,4;
- мальтоза — 5,4.

Массовую долю сахара (X) в анализируемом материале в пересчете на сухое вещество вычисляют в процентах по формуле

$$X = \frac{C \cdot K \cdot 100 \cdot 100}{m(100 - W)},$$

где C — разность в количестве точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование в контрольном опыте и определении;

K — коэффициент пересчета на данный вид сахара;

m — масса вещества во взятой на определение вытяжке, мг;

W — массовая доля влаги в исследуемом материале, определенная по ГОСТ 21094.

Вычисление производят до 0,1 %.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % в одной лаборатории и 1% в разных.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 4).

4 УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ГОРЯЧЕГО ТИТРОВАНИЯ

Метод основан на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочном растворе окисную медь в закисную. Массовую долю сахара определяют путем титрования медно-щелочного раствора исследуемым раствором сахара.

4.1 А п п а р а т у р а и р е а к т и в ы

Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ г.

Часы песочные на 5 и 8 мин.

Баня водяная.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498.

Колбы медные исполнений 1 и 3, 2-го класса точности, вместимостью 100, 200, 300 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Колбы круглые плоскодонные по ГОСТ 25336, вместимостью 50 см³.

Пипетки вместимостью 5, 10 и 50 см³.

Бюретки вместимостью 10 или 25 см³.

Штатив лабораторный.

Сахароза х. ч. по ГОСТ 5833 или сахар-рафинад по ГОСТ 22.

Кальций хлористый по научно-технической документации.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Метиленовая синь.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Метиловый красный.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования, лабораторной посуды и реактивов, метрологические характеристики которых соответствуют указанным характеристикам.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.2 Подготовка к анализу

4.2.1 Приготовление 1 %-ного раствора сернокислой меди (раствор I)

10 г чистой кристаллической соли сернокислой меди растворяют в 200 см³ дистиллированной воды. В 50 см³ дистиллированной воды растворяют 0,04 г метиленовой сини. Растворы переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

4.2.2 Приготовление щелочного раствора калия-натрия виннокислого (раствор II)

50 г калия-натрия виннокислого растворяют в 200 см³ дистиллированной воды. В 300 см³ дистиллированной воды растворяют 75 г гидроокиси натрия и в 50 см³ дистиллированной воды растворяют 4 г калия железистосинеродистого. Растворы переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

4.2.3 Приготовление стандартного раствора сахарозы

Чистую сахарозу (или сахар-рафинад) предварительно высушивают в эксикаторе в течение 3 сут над плавленным хлористым кальцием, затем берут навеску массой 0,1 г с погрешностью не более ±0,0001 г, переносят 50 см³ дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 100 см³ и проводят гидролиз сахарозы по п. 1.5.

Раствор содержит 1 мг сахарозы в 1 см³.

4.2.4 Установление титра медно-щелочного раствора по сахарозе

Стандартный раствор сахарозы наливают в бюретку вместимостью 10 см³.

В две плоскодонные круглые колбы вместимостью 50 см³ отмеряют пипеткой по 5 см³ раствора I и раствора II. Одну из колб помещают на нагретую электроплитку, доводят медно-щелочной раствор в колбе до кипения и титруют из бюретки стандартным раствором сахарозы со скоростью (4±1) капль в секунду до перехода синей окраски медно-щелочного раствора в желтую. По бюретке отмечают израсходованный на титрование объем в см³ стандартного раствора сахарозы. Затем проводят контрольное титрование. Вторую колбу с медно-щелочным раствором помещают на нагретую электроплитку, раствор в колбе доводят до кипения и сливают в него из бюретки (85±5) % израсходованного на предварительное титрование объема стандартного раствора сахарозы, следя за тем, чтобы кипение в колбе не прекращалось. При этом синяя окраска медно-щелочного раствора изменяется на светло-фиолетовую. Дотитрование медно-щелочного раствора стандартным раствором сахарозы проводят со скоростью 1 капля в секунду до появления желтой окраски.

Титр медно-щелочного раствора по сахарозе (T) вычисляют по формуле

$$T = 1,0 \cdot V,$$

где V — объем стандартного раствора сахарозы, израсходованный на титрование, см³;

1,0 — масса сахарозы, мг в 1 см³ стандартного раствора сахарозы.

4.3 Проведение анализа

В бюретку вместимостью 10 см³ наливают исследуемый раствор. В две плоскодонные колбы вместимостью 50 см³ отмеряют пипеткой по 5 см³ раствора I и раствора II. Одну из колб помещают на нагретую электроплитку, доводят медно-щелочной раствор в колбе до кипения

С. 9 ГОСТ 5672—68

и титруют из бюретки исследуемым раствором со скоростью (4 ± 1) капля в секунду до перехода синей окраски медно-щелочного раствора в желтую. Израсходованный на титрование объем в см^3 стандартного раствора сахарозы отмечают по бюретке. Затем проводят контрольное титрование. Вторую колбу с медно-щелочным раствором помещают на нагретую электроплитку, раствор в колбе доводят до кипения и сливают в него из бюретки (85 ± 5) % израсходованного на предварительное титрование объема исследуемого раствора, следя за тем, чтобы кипение в колбе не прекращалось. При этом синяя окраска медно-щелочного раствора изменяется на светло-фиолетовую. Дотитрование медно-щелочного раствора исследуемым раствором проводят со скоростью 1 капля в секунду до появления желтой окраски.

4.2, 4.2.1—4.2.4, 4.3 (Введены дополнительно, Изм. № 2).

4.4 Обработка результатов

Массовую долю сахара в исследуемом изделии (M) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$M = \frac{T \times V_1 \times 100 \times 2}{m \times V_2 \times 1000} \times \frac{100}{100 - W},$$

где T — титр медно-щелочного раствора по сахарозе;

V_1 — вместимость мерной колбы, взятой для приготовления водной вытяжки, см^3 ;

m — масса навески исследуемого изделия, г;

V_2 — объем исследуемого раствора, израсходованный на титрование, см^3 ;

W — массовая доля влаги в исследуемом материале, определенная по ГОСТ 21094;

1000 — перевод мг сахарозы в г;

2 — двойное разведение вытяжки при проведении гидролиза сахарозы.

Вычисление проводят до 0,1 %.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % — в одной лаборатории, а между результатами определений в разных лабораториях — не должны превышать 1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Всесоюзным научно-исследовательским институтом хлебопекарной промышленности, Министерством пищевой промышленности
- 2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 15.07.68
- 3 ВЗАМЕН ГОСТ 5672—51**
- 4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|------------------------|---|------------------------|
| ГОСТ 22—94 | 4.1 | ГОСТ 5962—67 | 1.3; 4.1 |
| ГОСТ 83—79 | 1.3; 3.1.1 | ГОСТ 6709—72 | 1.3; 2.1.1; 3.1.1; 4.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 1.3; 2.1.1; 3.1.1; 4.1 | ГОСТ 7128—91 | 1.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 1.3; 3.1.1; 4.1 | ГОСТ 8494—96 | 1.1 |
| ГОСТ 4165—78 | 2.1.1; 3.1.1; 4.1 | ГОСТ 9846—88 | 1.1 |
| ГОСТ 4174—77 | 1.3; 4.1 | ГОСТ 10163—76 | 3.1.1 |
| ГОСТ 4201—79 | 1.3; 3.1.1 | ГОСТ 11270—88 | 1.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.1.1; 3.1.1 | ГОСТ 12026—76 | 1.3; 2.1.1 |
| ГОСТ 4207—75 | 4.1 | ГОСТ 14919—83 | 1.3; 2.1.1; 3.1.1; 4.1 |
| ГОСТ 4220—75 | 3.1.1 | ГОСТ 20490—75 | 2.1.1 |
| ГОСТ 4232—74 | 3.1.1 | ГОСТ 21094—75 | 2.4; 3.4.1; 4.4 |
| ГОСТ 4328—77 | 1.3; 3.1.1; 4.1 | ГОСТ 22180—76 | 2.1.1 |
| ГОСТ 5667—65 | 1.1 | ГОСТ 24363—80 | 1.3; 3.1.1 |
| ГОСТ 5712—78 | 2.1.1 | ГОСТ 25336—82 | 1.3; 2.1.1; 3.1.1; 4.1 |
| ГОСТ 5833—75 | 4.1 | ГОСТ 27068—86 | 3.1.1 |
| ГОСТ 5839—77 | 2.1.1 | ГОСТ 28498—90 | 1.3; 2.1.1; 3.1.1; 4.1 |
| ГОСТ 5845—79 | 2.1.1; 3.1.1; 4.1 | | |

- 5 Ограничение срока действия снято** Постановлением Госстандарта СССР от 27.11.91 № 1816
- 6 ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в декабре 1982 г., июле 1985 г., ноябре 1986 г., ноябре 1991 г. (ИУС 4—83, 10—85, 2—87, 3—92)**