

ВСЕСОЮЗНЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

САХАР И КРАХМАЛ

СБОРНИК СТАНДАРТОВ

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

СТАНДАРТГИЗ — 1947

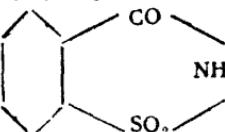
СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 2150-43
Всесоюзный Комитет Стандартов при Совнаркоме СССР	САХАРИН ПИЩЕВОЙ	Пищевая про- мышленность Н64

Настоящий стандарт распространяется на очищенный имид о-сульфобензойной кислоты, получаемый из толуола через о-толуолсульфохлорид и о-толуолсульфамид.

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

1. Эмпирическая формула: $C_7H_5NO_3S$

Структурная формула:



Молекулярный вес по международным атомным весам 1941 г.—183,178.

II. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

2. Внешний вид—белый или слегка желтоватый кристаллический порошок, без запаха.

3. Физико-химические показатели:

Название показателей	Нормы
а) Температура начала плавления в °С, не ниже	219,0
б) Содержание сахарина (имида о-сульфобензойной кислоты) в %, не менее	92,0
в) Содержание золы в виде сернокислых солей в %, не более	0,20
г) Содержание солей хрома	Отсутствие
д) Содержание мышьяка	Отсутствие

III. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

4. Из каждой партии выделяют не менее 10% тарных мест, но не менее пяти мест при малых партиях.

Внесен Народным ко-
миссариатом химической
промышленности СССР

Утвержден Всесоюзным
Комитетом Стандартов
29/VI 1943 г.

Срок введения
1/VIII 1943 г.

5. Пробу отбирают при помощи щупа в равных количествах от каждого выделенного места, тщательно перемешивают и из полученной таким образом средней пробы насыпают в две чистые, сухие стеклянные банки с плотно пригнанными пробками не менее 25 г сахарины в каждую.

6. На банки наклеивают этикетки с обозначением наименования завода-изготовителя, номера партии, даты и места отбора пробы.

Одну банку передают в лабораторию для производства анализа, а другую хранят в течение двух месяцев на случай арбитражного анализа.

Лабораторию для арбитражного анализа выбирают по соглашению сторон.

IV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

7. Определение температуры начала плавления. — Высушенный и тонкорастертый в ступке испытуемый сахарин помещают в два стеклянных капилляра внутренним диаметром 0,8—1,0 мм и длиной 45—50 мм. Наполненные капилляры бросают 5—6 раз в стеклянную трубку высотой 800 мм и диаметром 20 мм, поставленную вертикально на часовое стекло, до уплотнения вещества в слой высотой 2—3 мм, после чего их прикрепляют при помощи резинового кольца к термометру со шкалой, деленной на 0,1 или 0,2°C так, чтобы столбик вещества находился на одном уровне с центром ртутного резервуара термометра.

В пробирку, наполненную на одну четверть ее объема прозрачной серной кислотой или вазелиновым маслом, помещают вставленный в корковую пробку термометр с прикрепленными к нему капиллярами так, чтобы они не касались дна и стенок пробирки, а резиновое кольцо находилось выше уровня жидкости в пробирке.

В стеклянную колбу емкостью 150—200 мл, наполненную на $\frac{2}{3}$ объема прозрачной серной кислотой (уд. в. 1,84) или вазелиновым маслом, помещают пробирку с термометром так, чтобы расстояние между дном колбы и пробиркой было не менее 10—15 мм.

Содержимое колбы нагревают до температуры 180°C, а затем, убавив пламя горелки, продолжают нагревание таким образом, чтобы температура повышалась на 2°C в 1 мин. и начиная с 210°C — на 0,5°C в 1 мин.

Отмечают показание термометра в момент появления в капилляре первой капли расплавленного вещества. К показанию

термометра прибавляют поправку Δ на высоту выступающего столбика ртути термометра по формуле:

$$\Delta t = 0,00016 \cdot h \cdot (t_1 - t_2),$$

где:

h — высота столбика ртути, выступающего над уровнем жидкости в колбе, выраженная в градусах шкалы термометра;

t_1 — наблюдаемая температура плавления в $^{\circ}\text{C}$;

t_2 — температура воздуха вблизи середины выступающего столбика ртути в $^{\circ}\text{C}$.

За температуру начала плавления принимают среднюю арифметическую величину результатов определений в двух капиллярах, если они отличаются друг от друга не более чем на $0,4^{\circ}\text{C}$.

8. Определение содержания сахараина (и мида о-сульфобензойной кислоты). — Около 0,5 г испытуемого сахарина взвешивают с точностью до 0,0002 г, вносят в круглодонную колбу емкостью 100 мл и наливают в нее 10 мл 7,5 н раствора едкого натра или едкого кали. Смесь кипятят 2—3 мин. с обратным холодильником, охлаждают до температуры 20—30 $^{\circ}\text{C}$, после чего постепенно наливают в колбу через холодильник 15 мл соляной кислоты (уд. в. 1,16) и снова кипятят раствор в течение 50 мин. с обратным холодильником.

После охлаждения раствор количественно переливают в круглодонную колбу Кельдаля емкостью 1000 мл и доводят объем в колбе дистиллированной водой до 400—500 мл.

Колбу плотно закрывают резиновой пробкой со вставленными в нее капельной воронкой и насадкой Кельдаля, посредством которой соединяют колбу с холодильником Либиха и приемником.

Приемником служит склянка Фольгарда емкостью 300 мл, в которую наливают 50 мл 0,1 н раствора серной кислоты. Боковой отвод приемника соединяют посредством каучуковой трубы, на конец которой надета стеклянная трубка, с колбой Эрленмейера, емкостью 700 мл, содержащей около 50 мл дистиллированной воды; конец стеклянной трубы должен быть погружен в воду, но не должен касаться дна колбы.

После проверки плотности соединений прибора в колбу Кельдаля наливают через капельную воронку 55 мл 40%-ного раствора едкого натра или едкого кали и, нагревая содержимое колбы до кипения, производят отгонку аммиака вместе с па-

рами воды до тех пор, пока проба дестиллата не перестанет давать окраски с раствором фенолфталеина.

По окончании отгонки аммиака содержимое приемника переливают в колбу Эрленмейера, служившую предохранительным приемником, и титруют избыток кислоты 0,1 н раствором едкого натра или едкого кали, применяя в качестве индикатора метилрот.

Параллельно для введения поправки на чистоту реактивов и воды ставят контрольный опыт с теми же количествами едкого натра или едкого кали, соляной кислоты, серной кислоты и дестиллированной воды.

Процентное содержание сахарина (имида о-сульфобензойной кислоты) (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(v_2 - v_1) \cdot 0,01832}{G} \cdot 100 = \frac{1,832 (v_2 - v_1)}{G},$$

где:

v_1 — объем точно 0,1 н раствора щелочи, пошедшего на титрование испытуемого раствора, в мл;

v_2 — объем точно 0,1 н раствора щелочи, пошедшего на титрование раствора при контрольном опыте, в мл;

G — навеска сахарина в г;

0,01832 — количество сахарина, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора щелочи, в г.

9. Определение содержания золы. — Около 2 г испытуемого сахарины взвешивают с точностью до 0,0002 г в предварительно прокаленном и взвешенном фарфоровом тигле. Тигель ставят на асбестовую сетку и, осторожно изогревая, сжигают содержимое до чистого золения; после охлаждения в тигель вносят 2—3 капли серной кислоты (ОСТ НКТП 3573), снова нагревают до полного удаления паров серной кислоты и прокаливают в муфельной печи до постоянного веса.

Процентное содержание золы в виде сернокислых солей (X_2) вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{100 \cdot (G_3 - G_1)}{G_2 - G_1},$$

где:

G_1 — вес прокаленного тигля в г;

G_2 — вес тигля с испытуемым сахарином в г;

G_3 — вес тигля с золой в г.

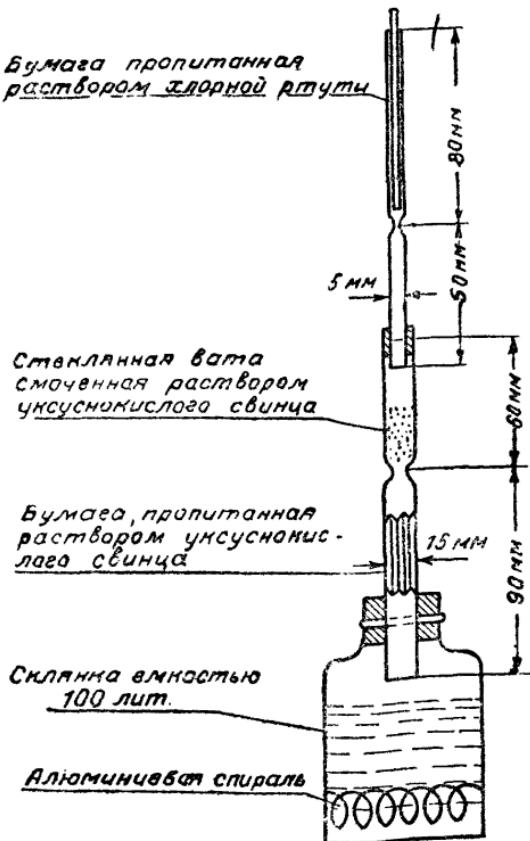
10. Определение содержания солей хрома. — Золу, полученную при испытании по п. 9, растворяют в 10 мл

дестиллированной воды и полученный раствор отфильтровывают от нерастворившихся примесей.

В пробирку с пришлифованной стеклянной или резиновой пробкой емкостью 20—25 мл наливают 2 мл 3%-ной перекиси водорода, не более 0,2 мл 10%-ного раствора серной кислоты и 2 мл этилового эфира. Смесь взбалтывают, приливают к ней испытуемый раствор и снова взбалтывают.

Пробу на отсутствие солей хрома считают выдержавшей испытание, если эфирный слой не окрасился в синеватый цвет.

11. Определение содержания мышьяка производят в приборе Зангер-Блэка (см. чертеж), применяя для приготовления растворов дестиллированную воду.



A. Приготовление растворов

а) Навеску 8,40 г железоаммонийных квасцов (ГОСТ 2904). растворяют в воде, содержащей 1 г хлористого натра и 2 мл серной кислоты (ГОСТ НКТП 3573), и доводят объем раствора водой до 100 мл.

б) 1 г уксуснокислого свинца растворяют в небольшом количестве воды, прибавляя такое количество уксусной кислоты, чтобы раствор стал прозрачным, и доводят объем раствора водой до 100 мл.

в) 8 г двуххлористого олова (ГОСТ 36—40) растворяют в 10 мл воды, содержащей 0,5 мл соляной кислоты (ГОСТ НКТП 7398/552).

B. Приготовление реактивной бумаги

а) Листы фильтровальной бумаги шириной 7 см пропитывают раствором уксуснокислого свинца, сушат и разрезают на полоски шириной 5 см.

б) Листы фильтровальной бумаги шириной 10 см пропитывают 5%-ным раствором хлорной ртути (ГОСТ НКТП 6281/266), сушат, удаляют концы, за которые держали бумагу при погружении в раствор, и разрезают на полоски шириной 4 мм.

B. Проведение испытания

Около 0,5 г испытуемого сахарины взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в колбу Эрленмейера емкостью 100 мл, наливают в нее 50 мл воды и нагревают до полного растворения сахарины.

Раствор переливают в реакционный сосуд прибора Зангер-Блэка, приливают к нему 2,5—3,5 мл серной кислоты, 2 мл раствора железоаммонийных квасцов, 0,5 мл раствора двуххлористого олова и вносят 6 г металлического цинка, свободного от мышьяка (ГОСТ 989—41), или спираль алюминиевой проволоки весом 1,5 г и диаметром 1 мм.

Реакционный сосуд закрывают пробкой со вставленной в нее верхней частью прибора и оставляют на 1 час при температуре 25°C.

Пробу сахарины на отсутствие мышьяка считают вытержавшей испытание, если бумажки, пропитанные раствором хлорной ртути, не окрасились.

Примечание. Применяемые для испытания реагенты должны быть проверены контрольным опытом на отсутствие в них мышьяка.

V. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

12. Сахарин упаковывают:

а) в картонные коробки, выложенные внутри пергаментной или подпергаментной бумагой, или стеклянные банки весом нетто от 1 до 5 кг или

б) в фанерные барабаны, выложенные бумагой, или крафт-целлюлозные мешки весом нетто до 20 кг.

13. На тару наклеивают этикетку с обозначением: наименования завода-изготовителя, названия продукта, веса нетто, номера партии и «ГОСТ 2150—43».

Замена

ОСТ НКТП 7398/552 заменен ГОСТ 3118—46.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

ГОСТ 23—40 Правила приемки и методы испытаний сахара-песка и сахара-рафинада	3
ГОСТ 21—40 Сахар-песок	14
ГОСТ 22—40 Сахар-рафинад	18
ГОСТ 2150—43 Сахарин пищевой	23
ОСТ НКПП 8662/260 Крахмал. Правила приемки и методы испытания	30
ОСТ НКПП 8661/259 Крахмал картофельный. Технические условия	37
ОСТ НКПП 526 Крахмал майсовый	40