Группа Н49

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНДИТЕРСКИЕ ИЗДЕЛИЯ

Метод определения сухого обезжиренного остатка молока в шоколадных изделиях с молоком

ГОСТ 10526—63

Confectionery. Method for determination of fatless milk solids in chocolate milk products

МКС 67.190
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.64

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и устанавливает метод определения массовой доли сухого обезжиренного остатка молока в шоколаде и шоколадных изделиях, шоколаде в порошке, какао-напитках и шоколадной глазури, содержащих молоко.

Метод основан на окислении альдоз щелочным раствором йода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

А. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. Для проведения анализа должны применяться:

Колбы Кн-1—250—34 ТС и Кн-2—250—34 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные отливные 1—100—2, 1—250—2 и 1—500—2 или 2—100—2, 2—250— 2 и 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—1, 6—2—1, 7—2—1, 2—2—5, 6—2—5, 7—2—5, 2—2—10, 6—2—10, 7—2—10, 2—2—25, 6—2—25 и 7—2—25 по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1—250 ТС и Н-1—250 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры отливные 1—50 и 1—100 или 3—50 и 3—100 по ГОСТ 1770.

Водяная баня.

Термометр с диапазоном измерения 100—200 °С с ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Медь серно-кислая (перекристаллизованная) по ГОСТ 4165, ч., х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н.),0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) или калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а, c (KOH) = 1 моль/дм^3 (1 н.) 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., концентрированная.

Йод металлический по ГОСТ 4159, ч., ч. д. а., с $\left(\frac{1}{2}J_2\right)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) или йод с $\left(\frac{1}{2}J_2\right)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), стандарт-титр.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Натрий сернова тисто-кислый по ГОСТ 27068 ч. д. а., c ($Na_2SO_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Крахмал по ГОСТ 7699 или по ГОСТ 7697, 1 %-ный раствор.

Метиловый оранжевый (раствор 0,2 г в 100 см^3 воды).

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104*.

Бюретки 1—2—50—0,1 и 3—2—50—0,1 по ГОСТ 29252.

Воронки В-56—80 ХС или В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %.

Часы песочные на 10 мин.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже установленных стандартом, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Б. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2. 10 г тонко наскобленного молочного шоколада, шоколада в порошке, какао-напитка с молоком растворяют в стакане с теплой водой (температура 40—50 °С) и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см³ (общее количество воды должно быть около 200 см³), приливают 10 см³ раствора медного купороса (рекомендуется брать раствор Фелинга 1, содержащий в 1 дм³ 69,28 г перекристаллизованного ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) и 4 см³ раствора гидроокиси натрия c (NaOH) = = 1 моль/дм³ (1 н.). Содержимое колбы хорошо перемешивают, доливают водой до метки, снова перемешивают, дают постоять в течение 20—30 мин и фильтруют в сухую колбу. Полученный фильтрат, соответствующий 0,02 г исследуемого продукта в 1 см³, служит для определения лактозы и сахарозы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

В. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3. 25 см³ фильтрата (соответствующее 0,5 г исследуемого продукта) вносят в коническую колбу вместимостью около 250 см³, прикрывают пробкой с продольной прорезью для сообщения с воздухом и с термометром, нагревают на водяной бане до 67—69 °С, прибавляют 2,5 см³ соляной кислоты (120 см³ соляной кислоты плотностью концентрированной на 200 см³ воды), перемешивают и выдерживают на водяной бане при указанной выше температуре точно 10 мин, после чего быстро охлаждают, прибавляют 1—2 капли метилового оранжевого и нейтрализуют полученный раствор 1 моль/дм³ раствором гидроокиси натрия до слабокислой реакции (цвет жидкости из розового сделается оранжево-желтым).

В полученную жидкость приливают 25 см³ 0,1 моль/дм³ раствора йода и при перемешивании 37,5 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия. Колбу закрывают пробкой и ставят на 20 мин в темное место. После этого в колбу приливают 8 см³ 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты и выделяющийся йод оттитровывают 0,1 моль/дм³ серноватистокислого натрия в присутствии 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала, добавляемого перед самым концом титрования.

Снова берут 25 см³ фильтрата, приготовленного по п. 2, приливают 25 см³ 0,1 моль/дм³ йода и при перемешивании 37,5 см³ 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия. Через 20 мин после выстаивания в темном месте приливают 8 см³ 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты и выделившийся йод оттитровывают 0,1 моль/дм³ раствором серноватистокислого натрия.

4. Проводят контрольный опыт для определения соотношения между 0,1 моль/дм³ йодом и 0,1 моль/дм³ серноватистокислого натрия. Опыт проводят в условиях, описанных в п. 3, только вместо 25 см³ фильтрата берут 25 см³ воды.

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

Г. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5. Массовую долю лактозы (L) в процентах вычисляют по формуле

$$L = \frac{n \cdot K \cdot 18,01 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot 10 \cdot 1000} = \frac{n \cdot K \cdot 18,01}{5} = n \cdot K \cdot 3,602 ,$$

где 18,01 — миллиэквивалент лактозы;

n — объем раствора серноватистокислого натрия, соответствующий йоду, пошедшему на окисление альдоз до инверсии, в см³;

K — коэффициент нормальности серноватистокислого натрия.

6. Массовую долю сахарозы (S) в процентах вычисляют по формуле

$$S = \frac{(m-n)\cdot K\cdot 17{,}1\cdot 500\cdot 100}{25\cdot 10\cdot 1000} = \frac{(m-n)\cdot K\cdot 17{,}1}{5} = (m-n)\cdot K\cdot 3{,}42\ ,$$

где 17,1 — миллиэквивалент сахарозы;

m — объем раствора серноватистокислого натрия, соответствующий йоду, пошедшему на окисление альдоз после инверсии, в см³;

n — то же, до инверсии в см³.

7. Для получения более точных результатов следует в полученные значения массовой доли сахарозы и лактозы ввести поправки, так как небольшое количество йода затрачивается на окисление присутствующих в молоке других органических веществ и в том числе сахарозы.

Для лактозы эта поправка равна 3 % от вычисленного процента массовой доли, а для сахарозы — 1 %; эти поправки вычитают из вычисленных процентов массовой доли сахарозы и лактозы.

8. По найденной массовой доле лактозы, пользуясь таблицей, вычисляют массовую долю сухого обезжиренного остатка молока в испытуемом шоколаде.

%

Лактоза $C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$	Сухой обезжиренный остаток молока	Лактоза $C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$	Сухой обезжиренный остаток молока
0,19	0,36	7,04	13,3
0,38	0,72	7,23	13,7
0,57	1,08	7,43	14,0
0,76	1,44	7,62	14,4
0,95	1,80	7,81	14,8
1,14	2,20	8,00	15,1
1,33	2,5	8,19	15,5
1,52	2,9	8,38	15,8
1,71	3,2	8,57	16,2
1,90	3,6	8,76	16,6
2,09	4,0	8,95	16,9
2,28	4,3	9,14	17,3
2,48	4,7	9,33	17,6
2,67	5,0	9,52	18,0
2,86	5,4	9,71	18,3
3,05	5,8	9,90	18,7
3,24	6,1	10,09	19,0
3,43	6,5	10,28	19,4
3,62	6,8	10,47	19,7
3,81	7,2	10,66	20,1
4,00	7,6	10,85	20,4
4,19	7,9	11,04	20,8
4,38	8,3	11,23	21,1
4,57	8,6	11,42	21,5
4,76	9,0	11,61	21,8
4,95	9,4	11,80	22,2
5,14	9,7	11,99	22,5
5,33	10,1	12,18	22,9
5,52	10,4	12,37	23,2
5,71	10,8	12,56	23,6
5,90	11,2	12,75	23,9
6,09	11,5	12,94	24,3
6,28	11,9	13,13	24,6
6,47	12,2	13,32	25,0
6,66	12,6	13,51	25,3
6,85	13,0	13,70	25,7

5—8. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

9. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по абсолютной величине не должны превышать 1 %.

Результаты параллельных определений рассчитывают до второго десятичного знака. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

Пределы допускаемых значений погрешности измерения ±1,0 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Комитетом по пищевой промышленности при Госплане СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М. И. Мартынов, канд. техн. наук; **Б. В. Кафка,** канд. техн. наук; **М. М. Истомина,** канд. техн. наук;

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 13.06.63

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1	ГОСТ 10163—76	1
ГОСТ 3118—77	1	ГОСТ 12026—76	1
ГОСТ 4159—79	1	ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 4165—78	1	ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 4232—74	1	ГОСТ 24363—80	1
ГОСТ 4328—77	1	ГОСТ 27068—86	1
ГОСТ 6709—72	1	ГОСТ 28498—90	1
ГОСТ 7697—82	1	ГОСТ 29169—91	1
ГОСТ 7699—78	1	ГОСТ 29252—91	1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., июне 1990 г. (ИУС 9—85, 9—90)

gost.e-ecolog.ru