ГОСТ 29248—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ

ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ САХАРОВ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.12.001.4:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ

Йодометрический метод определения сахаров

ГОСТ 29248—91

Canned milk.
Iodometric method for determination of sugar

МКС 67.100.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на сгущенные и сухие молочные консервы и устанавливает йодометрический метод определения массовой доли сахарозы и лактозы.

Метод основан на окислении редуцирующих сахаров (лактоза, глюкоза) избытком йода в щелочной среде и определении содержания сахара по разности между количеством взятого йода и избытком йода, определяемого титрованием тиосульфатом натрия.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Методы отбора проб молочных консервов и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные 2-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*.

Термометр лабораторный ртутный стеклянный с диапазоном измерения 0—100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная термостатируемая, позволяющая поддерживать температуру в диапазонах (20 ± 2) °С; (65 ± 5) °С; (73 ± 2) °С.

Стаканы В-1—50; В-1—100; В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—10—2; 3—50—2; 3—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4—2—1, 4—2—5, 4—2—10, 4—2—25, 2—2—25 по НТД.

Бюретки 1—2—50 по НТД.

Колбы 2—250—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2—250, Кн-2—500, Кн-2—750 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36—80, В-75—80 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204, плотностью 1840 кг/м^3 или прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 450.

Палочки стеклянные оплавленные.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Часы механические настольные 2-го класса точности по ГОСТ 3309.

Натрия гидроокись, х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4328, растворы молярной концентрации 1 и 0,1 моль/дм^3.

Медь сернокислая, х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4165.

Калий йодистый, ч.д.а. по ГОСТ 4232.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118, растворы молярной концентрации 7,3 и 0,5 моль/дм^3 и раствор, разбавленный 1:5.

Йод металлический, ч.д.а. по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Калий двухромовокислый, х.ч. по ГОСТ 4220, раствор молярной концентрации 0,017 моль/дм^3.

Метиловый оранжевый (индикатор) 0,1 %-ный раствор.

Сахароза, ч.д.а. по ГОСТ 5833.

Натрий углекислый безводный, х.ч. по ГОСТ 83.

Известь натронная.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор.

Кальций хлористый, 2-водный по ТУ 6-09—5077.

Натрия тиосульфат, х.ч. по ГОСТ 244, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора сернокислой меди

69,3 г перекристаллизованной сернокислой меди, не содержащей железа, взвешивают и растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3.

3.2. Приготовление раствора соляной кислоты для инверсии молярной концентрации 7,3 моль/дм^3

К 120 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 добавляют 80 см^3 воды.

3.3. Приготовление раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

12,7 г мелко растертого йода переносят в химический стакан вместимостью 100 или 250 см^3, прибавляют 20—25 г йодистого калия и 25 см^3 воды. Смесь время от времени перемешивают для ускорения растворения. Когда йод полностью растворится, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем его до метки, ополаскивая стакан водой, затем содержимое колбы хорошо перемешивают.

3.4. Приготовление раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,017 моль/дм^3

4,9038 г перекристаллизованного двухромовокислого калия и высушенного при 160 °С переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют и доводят водой объем раствора до метки. Допускается приготовление раствора с использованием соответствующего стандартного раствора.

3.5. Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

24,8 г тиосульфата натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют, прибавляют 0,2 г безводного углекислого натрия и доводят объем раствора до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют дистиллированную свежепрокипяченную воду. Охлаждают воду в колбе, закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками натронной извести.

3.6. Тигр раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 500—750 см^3 вносят 1—2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 см^3 воды, прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:5, 20 см^3 раствора двухромовокислого калия. Закрыв колбу пробкой, содержимое тщательно перемешивают, дают раствору постоять 5 мин, затем титруют раствором тиосульфата натрия, приливая его из бюретки постепенно, все время перемешивая жидкость. Когда коричневый цвет раствора перейдет в желтовато-зеленый, добавляют в колбу 1 см^3 раствора крахмала и для более четкого определения окончания титрования 250—300 см^3 воды. Титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого.

Титр раствора тиосульфата натрия (T), выраженный в граммах сахарозы, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}0171 \cdot 20}{V},$$

где 0,0171 — масса сахарозы, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, г;

20 — объем раствора двухромовокислого калия, см^3;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 20 см^3 раствора двухромовокислого калия, см^3.

Титр раствора тиосульфата натрия (T_1), выраженный в граммах лактозы, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{0{,}01801 \cdot 20}{V},$$

где 0,01801 — масса лактозы, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, г.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ САХАРОЗЫ

4.1 Проведение анализа

4.1.1. *Приготовление фильтрата сгущенных молочных консервов*

Сгущенные молочные консервы восстанавливают. Для этого в химический стакан вместимостью 200 см^3 взвешивают 100 г сгущенного молока с сахаром, кофе или какао со сгущенным молоком и с сахаром или 50 г сгущенных сливок с сахаром, кофе или какао со сгущенными сливками и сахаром.

Пробу растворяют в небольшом количестве воды температурой 60—70 °С (для свежевыработанных консервов применяют воду комнатной температуры) и переносят количественно через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Закрывают колбу пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают.

25 см^3 разведенных сгущенного молока с сахаром, кофе или какао со сгущенным молоком и сахаром вносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. 25 см^3 разведенных сгущенных сливок с сахаром, кофе или какао со сгущенными сливками и сахаром вносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Колбу доливают водой до половины и содержимое ее тщательно перемешивают.

В колбу вносят 10 см^3 раствора сернокислой меди, хорошо перемешивают и дают стоять 1 мин. Затем добавляют 4 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3, содержимое колбы вновь хорошо перемешивают круговыми движениями, не взбалтывая, чтобы не вбить воздух в осадок, и оставляют в покое на 5 мин. После проявления над осадком прозрачного слоя жидкости, что указывает на полноту осаждения, колбу доливают водой до метки, содержимое сильно взбалтывают и оставляют в покое на 20—30 мин. Затем жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Первые 25—30 см^3 фильтрата отбрасывают.

4.1.2. *Приготовление фильтрата сухих молочных продуктов*

В химический стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают 5 г сухих смесей для мороженого.

Прибавляют постепенно небольшими порциями 10 см^3 воду температурой 70—75 °С, растирая смесь стеклянной палочкой до получения однородной массы. Содержимое переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 см^3, смывая стакан водой температурой (20 ± 2) °С. Общее количество жидкости в колбе доводят до 125—150 см^3. Прибавляют в колбу 10 см^3 сернокислой меди. Далее фильтрат готовят, как указано в п. 4.1.1, в соответствии с методикой приготовления фильтрата для сгущенных молочных консервов.

4.1.3. *Определение редуцирующей способности фильтрата до инверсии*

4.1.3.1. В коническую колбу вместимостью 250 см^3 приливают пипеткой 25 см^3 фильтрата, приготовленного, как указано в пп. 4.1.1 или 4.1.2, что соответствует 0,5 г продукта, и 25 см^3 раствора йода. Смесь перемешивают и затем приливают из бюретки медленно, при постоянном перемешивании 37,5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3. Закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте на 20 мин при 20 °С.

4.1.3.2. Через 20 мин в колбу приливают 8 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, приливая его медленно при постоянном перемешивании, до светло-желтой окраски раствора. Затем

добавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетовой окраски.

4.1.4. *Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии*

25 см³ фильтрата, приготовленного, как указано в пп. 4.1.1 или 4.1.2, вносят в другую коническую колбу и, закрыв неплотно колбу пробкой с пропущенным в нее термометром так, чтобы ртутный шарик находился в жидкости, нагревают колбу на водяной бане до температуры 65—70 °С.

Приоткрыв пробку, приливают в колбу пипеткой 2,5 см³ соляной кислоты молярной концентрации 7,3 моль/дм³ для инверсии. Содержимое перемешивают круговыми движениями и колбу выдерживают в водяной бане при той же температуре 10 мин, при частом помешивании круговыми движениями в течение первых 3 мин. Не вынимая термометра, колбу быстро охлаждают до 20 °С под струей воды.

Затем добавляют в колбу 1 каплю раствора метилового оранжевого при непрерывном тщательном помешивании круговыми движениями и медленно приливают раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм³ до слабокислой реакции, при которой окраска раствора переходит из розовой в желтовато-оранжевую. Термометр вынимают из колбы, ополоснув его кончик первыми порциями раствора гидроокиси натрия в эту же колбу.

К нейтрализованному раствору приливают 25 см³ раствора йода, затем медленно, при постоянном помешивании, 37,5 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте на 20 мин при 20 °С. Далее определение проводят, как указано в п. 4.1.3.2. Конец титрования устанавливают по переходу окраски из сине-фиолетовой в бледно-розовую.

4.2. Обработка результатов

Массовую долю сахарозы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 0{,}99 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование до инверсии, см³;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование после инверсии, см³;

T — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах сахарозы;

0,99 — эмпирический коэффициент (поправка на реакцию фруктозы с йодом);

m — проба продукта, соответствующая 25 см³ фильтрата, взятая для титрования, равная 0,5 г.

Предел допускаемой погрешности результата измерения составляет ± 1,5 % массовой доли сахарозы при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ и расхождении между двумя параллельными определениями не более 0,3 % массовой доли сахарозы.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов вычислений двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

4.3. Проведение контрольного анализа (для проверки точности приготовленных растворов)

В химический стакан вместимостью 100 см³ взвешивают 43,5 г сахарозы, растворяют в цельном молоке и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем раствора до метки молоком. Раствор в колбе перемешивают круговыми движениями до полного растворения сахарозы. Такой раствор соответствует 100 г сгущенного молока с массовой долей сахарозы 43,5 %, разведенного водой до 250 см³.

Далее анализ проводят так, как указано в п. 4.1.4. Если в контрольном растворе вычисленное содержание сахарозы отличается от 43,5 % более чем на ± 0,3 %, то необходимо заменить растворы и внести соответствующую поправку в результаты расчета, полученные описанным выше йодометрическим методом.

Примечание. Вместо сахарозы — реактива ч.д.а. допускается применять сахар-рафинад, предварительно высушенный в эксикаторе над концентрированной серной кислотой или прокаленным хлористым кальцием в течение 3 сут. Высушенный сахар-рафинад содержит практически 100 % сахарозы.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЛАКТОЗЫ (МОЛОЧНОГО САХАРА)

5.1 Проведение анализа

5.1.1. *Приготовление фильтрата*

5,0 г сухого молока для детского питания, 6,7 г сухого цельного или обезжиренного молока или 8,2 г сухих сливок без сахара взвешивают с отсчетом показаний до 0,005 г. Затем постепенно наливают горячую воду температурой 70—75 °С, растирая смесь стеклянной палочкой до получения

однородной консистенции, и количественно переносят содержимое в мерную колбу вместимостью 250 см^3, смывая стакан водой температурой (20 ± 2) °С. Общий объем воды должен быть 125—150 см^3. При пробе продукта 5,0 г в колбу прибавляют 10 см^3 раствора сернокислой меди, хорошо перемешивают и дают постоять 1 мин, затем добавляют 4 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3. При пробе больше 5,0 г прибавляют 15 см^3 раствора сернокислой меди и 6 см^3 раствора гидроокиси натрия. Содержимое колбы вновь хорошо перемешивают круговыми движениями, не взбалтывая, и оставляют в покое на 10 мин. После появления над осадком прозрачного слоя жидкости колбу охлаждают до (20 ± 2) °С, доливают водой до метки, содержимое сильно взбалтывают и оставляют в покое на 20—30 мин. Затем жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Первые 25—30 см^3 фильтрата отбрасывают.

5.1.2. Далее анализ проводят, как указано в п. 4.1.3.

5.1.3. *Холостой опыт*

Определение проводят, как указано в п. 4.1.3, но вместо 25 см^3 фильтрата приливают в колбу 25 см^3 воды.

5.2. Обработка результатов

Массовую долю лактозы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot T_1 \cdot 0{,}97 \cdot 100}{m},$$

где V_0 — объем тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в холостом опыте, см^3;

V_1 — объем тиосульфата натрия, израсходованный на титрование фильтрата, см^3;

T_1 — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах лактозы;

0,97 — эмпирический коэффициент;

m — проба продукта, соответствующая 25 см^3 фильтрата, взятая для титрования, равная 0,50 — для сухого молока для детского питания, 0,67 — для сухого цельного или обезжиренного молока и 0,82 — для сухих сливок, г.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет ± 1,0 % массовой доли лактозы при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ и расхождении между двумя параллельными определениями не более 0,2 % массовой доли лактозы.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов вычислений двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК по стандартизации 186 «Молоко и молочные продукты»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2331**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 8764—73 в части разд. 9 (йодометрического метода)**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 22—94	2
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 244—76	2
ГОСТ 450—77	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3309—84	2
ГОСТ 4159—79	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4220—75	2
ГОСТ 4232—74	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 5833—75	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 10163—76	2
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 26809—86	1
ГОСТ 28498—90	2
ТУ 6—09—5077—83	2

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2009 г.**

gost.e-ecolog.ru