ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54664— 2011

САХАР МОЛОЧНЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом маслоделия и сыроделия Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМС Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 821-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Классификация 3
5 Технические требования 3
6 Требования, обеспечивающие безопасность продукта 5
7 Правила приемки 6
8 Методы контроля 6
9 Транспортирование и хранение 17
Приложение А (справочное) Пищевая и энергетическая ценность 100 г молочного сахара 18
Приложение Б (справочное) Пример надписи на этикетке 19
Библиография 20

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

САХАР МОЛОЧНЫЙ

Технические условия

Lactose.
Specifications

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочный сахар, производимый из молочной сыворотки путем ее концентрирования и последующей кристаллизации лактозы из пересыщенных сывороточных сиропов или растворов лактозы, предназначенный для продуктов питания, в том числе детских, медицинских препаратов и промышленной переработки.

Требования, обеспечивающие безопасность молочного сахара, изложены в разделе 6, требования к качеству — в 5.1, требования к маркировке — в 5.3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51301—99 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди, цинка)

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51766—2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 51962—2002 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка

ГОСТ Р 52738—2007 Молоко и продукты переработки молока. Термины и определения

ГОСТ Р 52814—2007 (ИСО 6579:2002) Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53361—2009 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ Р 53430—2009 Молоко и продукты переработки молока. Методы микробиологического анализа

ГОСТ Р 53438—2009 Сыворотка молочная. Технические условия

ГОСТ Р 54015—2010 Продукты пищевые. Метод отбора проб для определения стронция Sr-90 и цезия Cs-137

ГОСТ Р 54016—2010 Продукты пищевые. Метод определения содержания цезия Cs-137

ГОСТ Р 54017—2010 Продукты пищевые. Метод определения содержания стронция Sr-90

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству и качеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 1341—97 Пергамент растительный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3624—92 Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4453—74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6672—75 Стекла покровные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8218—89 Молоко. Методы определения чистоты

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9284—75 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10444.12—88 Продукты пищевые. Метод определения дрожжей и плесневых грибов

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12302—83 Пакеты из полимерных и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 13739—78 Масло иммерсионное для микроскопии. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 16337—77 Полиэтилен высокого давления. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 19881—74 Анализаторы потенциометрические для контроля pH молока и молочных продуктов. Общие технические условия

ГОСТ 23452—79 Молоко и молочные продукты. Методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов

ГОСТ 23651—79 Продукция молочная консервированная. Упаковка и маркировка

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29245—91 Консервы молочные. Методы определения физических и органолептических показателей

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ 30347—97 Молоко и молочные продукты. Методы определения Staphylococcus aureus

ГОСТ 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 30711—2001 Продукты пищевые. Методы выявления и определения содержания афлатоксинов B_1 и M_1

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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, установленные ГОСТ Р 52738 и [1].

4 Классификация

4.1 Молочный сахар в зависимости от органолептических и физико-химических показателей подразделяют:

- на фармакопейный;
- рафинированный;
- пищевой;
- технический (сырец).

4.2 Рафинированный и пищевой молочный сахар в зависимости от размера кристаллов подразделяют:

- на обычный;
- мелкокристаллический.

5 Технические требования

5.1 Основные показатели и характеристики

5.1.1 Молочный сахар производят в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции с соблюдением требований, установленных [1].

5.1.2 По органолептическим характеристикам молочный сахар должен соответствовать требованиям, изложенным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика для молочного сахара					
	фармакопейного	рафинированного		пищевого		технического (сырца)
		обычного	мелкокристаллического	обычного	мелкокристаллического	
Внешний вид	Кристаллический свободно пересыпающийся порошок					
Цвет	Белый, однородный по всей массе			От белого до светло-желтого, однородный по всей массе		От светло-желтого до кремового, однородный по всей массе

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Характеристика для молочного сахара					
	фармакопейного	рафинированного		пищевого		технического (сырца)
		обычного	мелкокристаллического	обычного	мелкокристаллического	
Вкус и запах	Слегка сладковатый, без запаха					
Размер кристаллов	От 50 до 300 мкм		От 3 до 4 мкм не менее 70 %, единичные кристаллы не более 10 мкм	—	От 3 до 4 мкм не менее 70 %, единичные кристаллы не более 10 мкм	—

5.1.3 По физико-химическим показателям молочный сахар должен соответствовать нормам, приведенным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Значение для молочного сахара					
	фармакопейного	рафинированного		пищевого		технического (сырца)
		обычного	мелкокристаллического	обычного	мелкокристаллического	
Массовая доля альфамоногидрата лактозы, %, не менее	99,1	98,6	98,5	95,7	95,6	93,1
Массовая доля влаги, %, не более	0,7	1,0	1,1	1,8	1,9	2,5
Массовая доля белка, %, не более	0,05	0,1		1,0		1,9
Массовая доля золы, %, не более	0,1	0,3		1,5		2,5
в том числе массовая доля хлоридов (Cl^-), %, не более	0,004	—				
Титруемая кислотность, °Т, не более	10	15		55		110
Удельное вращение плоскости поляризации, град.	От +52,0 до +53,5			—		
Индекс растворимости, $см^3$ сырого осадка, не более	Отсутствие осадка					0,5
Группа чистоты, не ниже	I			II		—

5.2 Требования к сырью

5.2.1 Для производства молочного сахара используют следующее основное сырье, пищевые добавки и вспомогательные средства.

5.2.1.1 Основное сырье:

- сыворотка молочная по ГОСТ Р 53438;
- концентраты бактериальные термофильных молочнокислых палочек вида Lactobacillus lactic, Lactobacillus helveticus или Lactobacillus bulgaricus по документам, в соответствии с которыми они произведены и могут быть идентифицированы.

5.2.1.2 Пищевые добавки:

- гидроокись натрия (Е524) по ГОСТ 4328;

- натрий углекислый кислый (Е500) по ГОСТ 4201,
- гидросульфит натрия (Е222).

5.2.1.3 Вспомогательные средства:

- уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453;
- кизельгур;
- пеногасители, разрешенные к применению в пищевой промышленности в установленном порядке;
- вода питьевая по [2].

5.2.2 Основное сырье, пищевые добавки и вспомогательные средства, используемые для производства молочного сахара, по безопасности должны соответствовать нормам, установленным [1] и [3].

5.3 Маркировка

5.3.1 Информацию, соответствующую требованиям [1], наносят на транспортную тару с помощью этикетки или трафарета, маркиратора или другого приспособления, обеспечивающего четкое ее прочтение.

5.3.2 Допускается проставление недостающих реквизитов на этикетке или бумажном мешке штемпелем или другим приспособлением, обеспечивающим четкое их прочтение.

5.3.3 Информационные данные о пищевой и энергетической ценности приведены в приложении А, пример надписи на этикетке — в приложении Б.

5.3.4 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги».

5.3.5 Продукт, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, маркируют по ГОСТ 15846.

5.4 Упаковка

5.4.1 Транспортная тара, используемая для упаковывания молочного сахара, должна соответствовать требованиям документов, в соответствии с которыми она произведена, быть допущена к применению в установленном порядке и обеспечивать сохранность качества и безопасности молочного сахара при его перевозках, хранении и реализации.

5.4.2 Молочный сахар (кроме мелкокристаллического) упаковывают в транспортную тару в соответствии с требованиями ГОСТ 23651: в мешки бумажные по ГОСТ Р 53361, многослойные, марки НМ с мешками-вкладышами пленочными по ГОСТ 19360 или марки НМ(п), типов I-2 или II-1.

Допускается изготавливать мешки-вкладыши из пленки или рукавов пленки полиэтиленовой по ГОСТ 10354 марки М толщиной от 0,04 до 0,08 мм; из полиэтилена высокого давления по ГОСТ 16337, нестабилизированного, марки 15803-020 или других материалов, допущенных к применению в установленном порядке.

5.4.3 Мелкокристаллический молочный сахар упаковывают в пакеты из полимерной пленки по ГОСТ 10354 или пакеты из полимерных материалов по ГОСТ 12302 или других материалов, допущенных к применению в установленном порядке.

Масса нетто одной упаковочной единицы — 3 или 5 кг.

5.4.4 Пакеты с мелкокристаллическим молочным сахаром укладывают в транспортную тару: в мешки бумажные по ГОСТ Р 53361, многослойные, марки НМ с мешками-вкладышами пленочными по ГОСТ 19360, или марки НМ(п), типов I-2 или II-1.

5.4.5 Горловину мешка-вкладыша сваривают или туго перевязывают двойным узлом с перегибом.

5.4.6 Масса нетто одной транспортной упаковочной единицы — не более 25 кг.

5.5 Допускается использование аналогичных упаковочных материалов и транспортной тары, разрешенных для контакта с молочными продуктами.

5.6 Допустимые отрицательные отклонения содержимого нетто от номинального количества — в соответствии с ГОСТ 8.579.

5.7 Молочный сахар, предназначенный для отправки в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают в соответствии с требованиями ГОСТ 15846.

6 Требования, обеспечивающие безопасность продукта

Микробиологические показатели и содержание токсичных элементов, микотоксинов, пестицидов и радионуклидов в молочном сахаре не должны превышать норм, установленных [1].

7 Правила приемки

7.1 Правила приемки — по ГОСТ 26809 со следующим дополнением.

Молочный сахар принимают партиями. Партией считают совокупность единиц продукции, однородной по составу и качеству, имеющей одно и то же наименование, находящейся в однородной таре, произведенной одним и тем же изготовителем в соответствии с одним и тем же техническим документом на однотипном технологическом оборудовании и имеющей одну и ту же дату производства.

7.2 Для проверки соответствия молочного сахара требованиям нормативных правовых актов Российской Федерации и настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания в соответствии с ГОСТ 26809 и периодические испытания в соответствии с программой производственного контроля, утвержденной в установленном порядке.

7.3 Приемо-сдаточные испытания проводят на соответствие требованиям нормативных правовых актов Российской Федерации и настоящего стандарта методом выборочного контроля для каждой партии молочного сахара по внешнему виду упаковки, правильности маркировки, массе нетто продукта и органолептическим показателям.

7.4 Массовую долю влаги, титруемую кислотность, индекс растворимости и группу чистоты определяют в каждой партии молочного сахара.

Массовую долю альфамоногидрата лактозы, массовую долю золы и массовую долю белка определяют один раз в декаду.

Массовую долю хлоридов, удельное вращение плоскости поляризации и размер кристаллов определяют при возникновении разногласий в оценке качества молочного сахара.

7.5 Периодические испытания по показателям безопасности (содержание токсичных элементов, микотоксинов, пестицидов, радионуклидов; микробиологические показатели) проводят в установленном порядке в соответствии с программой производственного контроля, разработанной предприятием-изготовителем с учетом рекомендаций [4] и [5].

8 Методы контроля

8.1 Методы отбора и подготовка проб к анализам

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ Р 53430, ГОСТ Р 54015, ГОСТ 26809, ГОСТ 26929, [6] и [7].

8.2 Внешний вид упаковки и правильность маркировки, определение массы нетто продукта

Внешний вид упаковки, правильность маркировки и определение массы нетто — по ГОСТ 29245 (разделы 2 и 6).

8.3 Определение органолептических показателей

8.3.1 Определение внешнего вида и цвета

Внешний вид и цвет молочного сахара оценивают визуально в небольшой порции продукта, рассыпанного на листе белой бумаги толщиной слоя не более 1 см, при рассеянном дневном свете или лампе дневного света.

8.3.2 Определение вкуса и запаха

8.3.2.1 Оборудование

Ступка 4 с пестиком 2 по ГОСТ 9147.

Ложка чайная металлическая.

8.3.2.2 Проведение испытания

Пробу молочного сахара растирают пестиком в ступке и определяют запах.

Чайной ложкой отбирают часть растертой пробы из ступки и дегустируют для определения вкуса.

8.4 Определение размера кристаллов молочного сахара

8.4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Микроскоп световой биологический.

Объект-микрометр.

Окуляр-микрометр (микрометрическая линейка).

Палочки стеклянные.

Петля бактериологическая.

Стекла предметные для микропрепаратов по ГОСТ 9284.

Стекла покровные по ГОСТ 6672.

Пипетки 1-1(2)-1(2) по ГОСТ 29169.

Стаканы В(Н)-1(2)-10 (25) по ГОСТ 25336.

Масло иммерсионное для микроскопии по ГОСТ 13739.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

8.4.2 Подготовка к проведению измерения

8.4.2.1 Подготовка суспензии

Кристаллы молочного сахара, взятые кончиком бактериологической петли, вносят в стакан с 1—2 $см^3$ этилового спирта и перемешивают стеклянной палочкой до получения однородной суспензии.

8.4.2.2 Подготовка микроскопа

При определении размера кристаллов фармакопейного и обычного рафинированного молочного сахара увеличение микроскопа — 400 раз (окуляр $10^{\times}$, объектив $40^{\times}$), мелкокристаллического рафинированного и пищевого молочного сахара увеличение микроскопа — 1350 раз (окуляр $15^{\times}$, объектив $90^{\times}$).

8.4.3 Проведение измерения

Каплю суспензии при непрерывном перемешивании помещают на предметное стекло и накрывают покровным стеклом, плотно прижимая его к поверхности предметного стекла. При определении размера кристаллов мелкокристаллического рафинированного и пищевого молочного сахара на покровное стекло наносят каплю иммерсионного масла, после чего препарат устанавливают под микроскопом.

Размер каждого кристалла измеряют по длинной грани. Проводят не менее 100 измерений. Условно кристаллы делят на три группы с размером кристаллов: для фармакопейного и обычного рафинированного молочного сахара — от 50 до 100 мкм включительно, свыше 100 до 200 мкм включительно, свыше 200 до 300 мкм включительно, мелкокристаллического рафинированного и пищевого молочного сахара — до 3 мкм включительно, свыше 3 до 4 мкм включительно, свыше 4 до 10 мкм включительно.

8.4.4 Обработка результатов

8.4.4.1 Среднеарифметическое значение размера кристаллов P, мкм, для фармакопейного и обычного рафинированного молочного сахара вычисляют по формуле

$$P = \frac{P_1 n_1 + P_2 n_2 + P_3 n_3}{100}, \quad (1)$$

где P_1, P_2, P_3 — среднеарифметическое значение размера кристаллов в каждой группе, мкм;

n_1, n_2, n_3 — количество кристаллов в каждой группе, шт.

100 — количество просмотренных кристаллов молочного сахара, шт.

8.4.4.2 Массовую долю кристаллов N, %, мелкокристаллического рафинированного и пищевого молочного сахара размером 3—4 мкм вычисляют по формуле

$$N = \frac{N_1}{100} \cdot 100, \quad (2)$$

где N_1 — количество кристаллов размером от 3 до 4 мкм, шт.;

100 — количество просмотренных кристаллов молочного сахара, шт.

8.5 Определение массовой доли альфамоногидрата лактозы

Массовую долю альфамоногидрата лактозы X, % вычисляют по формуле

$$X = 100 - (W + X_1 + X_2), \quad (3)$$

где W — массовая доля влаги, определяемая по 8.6, %;

X_1 — массовая доля белка, определяемая по 8.7, %;

X_2 — массовая доля золы, определяемая по 8.8, %.

8.6 Определение массовой доли влаги

8.6.1 Сущность метода

Метод основан на изменении массы анализируемой пробы молочного сахара под воздействием температуры.

Определение проводят методом высушивания анализируемой пробы молочного сахара при температуре (81 ± 1) °С в течение 2 ч.

8.6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности одноразового взвешивания ± 0,1 мг.

Шкаф сушильный электрический без принудительной конвекции (вентиляции) воздуха, обеспечивающий поддержание температуры (81 ± 1) °С.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Эксикатор 2-100 (140, 190) по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Щипцы тигельные.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, безводный, прокаленный.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

8.6.3 Подготовка к проведению измерения

Пустые стаканчики помещают с открытыми крышками в сушильный шкаф, где выдерживают при температуре (81 ± 1) °С в течение 30 мин. Затем стаканчики закрывают крышками, вынимают при помощи щипцов и помещают в эксикатор, заполненный безводным прокаленным хлористым кальцием, охлаждают до температуры, которая на 2 °С выше температуры окружающего воздуха, затем вынимают и взвешивают с записью результата в граммах до третьего десятичного знака.

8.6.4 Проведение измерения

В каждый стаканчик помещают 3—4 г молочного сахара, распределяя его равномерным слоем постукиванием по дну стаканчика. Открытые стаканчики устанавливают в центре полки сушильного шкафа, крышки стаканчиков располагают рядом.

Началом сушки считают время достижения температуры 80 °С в воздушном пространстве сушильного шкафа.

Продолжительность высушивания всех видов молочного сахара составляет 2 ч.

По окончании высушивания стаканчики с пробами закрывают крышками, сразу же переносят в эксикатор при помощи щипцов, охлаждают в течение 40 мин и взвешивают. Взвешивание необходимо проводить в возможно короткое время с записью результата взвешивания в граммах до третьего десятичного знака.

8.6.5 Обработка результатов

Массовую долю влаги в молочном сахаре W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m - m_1)}{m - m_2}, \qquad (4)$$

где m — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой молочного сахара до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с крышкой и анализируемой пробой молочного сахара после высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с крышкой, г.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

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

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, и округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости: абсолютная разность результатов двух параллельных измерений не превышает предела повторяемости (сходимости), r = 0,20 % при P = 95 %.

Предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях воспроизводимости, — при P = 95 % не должен превышать 0,40 %.

Границы абсолютной погрешности измерений при P = 95 % составляют ± 0,30 %.

8.7 Определение массовой доли белка

8.7.1 Сущность метода

Метод основан на сжигании органических веществ пробы молочного сахара в присутствии серной кислоты, инертной соли (сернокислого калия) и катализатора (сернокислой меди), определении освобождающегося аммиака титрованием и последующем вычислении массовой доли белка.

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г и ± 0,001 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Шкаф вытяжной или другие приспособления для отвода кислотных паров, выделяемых при сжигании.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Колба Кьельдаля 2-100-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)-100(250, 500, 1000, 2000)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-250-34 ТХС, Кн-2–100-42 ТХС, Кн-2-2000-50 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(3)-10(50, 100, 1000)-1(2) по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1(2)-50(100, 250) ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-75(80)-100(150) ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-1(2)-1(5, 10, 20) по ГОСТ 29228.

Бюретки I-2(6, 7)-2-5(10)-0,02 по ГОСТ 29251.

Холодильник ХШ-3-200 по ГОСТ 25336.

Аллонж АИ-19/26-60 по ГОСТ 25336.

Капельница из темного стекла.

Посуда стеклянная из темного стекла с плотно закрывающейся крышкой.

Блок алюминиевый с гнездами для пробирок или колб Кьельдаля.

Вещества, предотвращающие выбрасывание жидкости: для сжигания — кусочки фарфора или стеклянные бусинки; для дистилляции — свежепрокаленные кусочки пемзы.

Метиловый красный.

Метиловый оранжевый.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч, плотностью 1830—1840 кг/м^3.

Кислота серная стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Натрия гидроокись стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

8.7.3 Подготовка к проведению измерения

8.7.3.1 Приготовление растворов индикаторов массовой концентрации 1 г/дм^3

Индикаторы, применяемые при титровании, готовят следующим образом.

0,10 г метилового красного помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают до метки этиловый спирт объемной долей 96 %.

0,10 г метилового оранжевого помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают до метки дистиллированную воду.

Срок хранения растворов в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

8.7.3.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 40 %

400,0 г гидроокиси натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают до метки дистиллированную воду. Раствор тщательно перемешивают до полного растворения реактива и фильтруют.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

8.7.3.3 Приготовление смеси катализатора и инертной соли

Смесь готовят добавлением к 100 г сернокислого калия 5 г сернокислой меди и тщательным перемешиванием.

Срок хранения смеси в герметически закрытой посуде — не более 1 года.

8.7.3.4 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации 0,005 моль/дм³

Раствор серной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм³ готовят в соответствии с инструкцией на стандарт-титр молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Затем 100 см³ приготовленного раствора серной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм³ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 1 мес.

8.7.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм³

В соответствии с инструкцией по приготовлению титрованных растворов, используя стандарт-титр, готовят раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Затем 100 см³ приготовленного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Уточняют молярную концентрацию приготовленного раствора титрованием. Для этого к 20 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,005 моль/дм³ добавляют три капли индикатора (метилового красного или метилового оранжевого) и титруют приготовленным раствором гидроокиси натрия.

При использовании индикатора метилового красного титруют до перехода окраски из красной в желтую, а метилового оранжевого — из красной в оранжево-желтую. Титрование проводят 3—4 раза, рассчитывают поправочный коэффициент (*К*) к концентрации раствора гидроокиси натрия с точностью до третьего десятичного знака.

Примечание — Предпочтительнее применять индикатор метиловый красный, т. к. переход окраски при его использовании более уловим.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, — не более 3 мес.

8.7.4 Проведение измерения

8.7.4.1 Минерализация

1,000 г молочного сахара переносят в колбу Кьельдаля вместимостью 500 см³, помещают несколько стеклянных бусинок или кусочков фарфора, добавляют 8,0 г смеси катализатора и инертной соли, осторожно вливают 20 см³ концентрированной серной кислоты. Колбу закрывают грушеобразной стеклянной пробкой или воронкой и осторожно круговыми движениями перемешивают содержимое.

Колбу Кьельдаля помещают в гнездо металлического блока на электрической плитке в наклонном положении под углом 45° и приступают к нагреванию при температуре 450 °С до прекращения пенообразования, пока содержимое колбы не станет жидким. При минерализации пробы кипящая кислота должна конденсироваться в середине горловины колбы Кьельдаля. Периодически содержимое колбы перемешивают, смывая обуглившиеся частицы со стенок колбы. Минерализацию продолжают до тех пор, пока жидкость не станет прозрачной, слегка голубоватой. После осветления раствора нагревание продолжают еще в течение 1,5 ч, после чего колбе дают остыть до температуры (20 ± 5) °С. Затем небольшими порциями осторожно добавляют (150 ± 20) см³ дистиллированной воды.

8.7.4.2 Отгонка аммиака

В коническую приемную колбу отмеривают 20 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,005 моль/дм³ по 8.7.3.4, добавляют 3 капли индикатора метилового красного или метилового оранжевого по 8.7.3.1 и тщательно перемешивают.

Примечание — При анализе пробы технического молочного сахара (сырца) объем серной кислоты в приемной колбе удваивают (до 40 см³).

Приемную колбу соединяют с холодильником с помощью аллонжа и резиновой пробки так, чтобы конец аллонжа был ниже поверхности раствора серной кислоты в ней. Колбу Кьельдаля соединяют с холодильником при помощи каплеуловителя, проходящего через одну пробку с делительной (капельной) воронкой. При помощи цилиндра отмеривают 80 см³ раствора гидроокиси натрия и через воронку вносят его в колбу Кьельдаля. После вливания немедленно закрывают кран воронки во избежание потери образующегося аммиака.

Содержимое колбы Кьельдаля осторожно перемешивают круговыми движениями и нагревают до кипения. Степень нагрева регулируют таким образом, чтобы кипение в колбе было спокойным, равно-

мерным. Необходимо следить за степенью охлаждения паров аммиака в холодильнике, регулируя ее количеством воды, проходящей через него.

Примечание — Не допускается как нагревание раствора серной кислоты в приемной колбе во избежание потерь аммиака, так и сильное охлаждение во избежание выброса содержимого приемной колбы в колбу Кьельдаля.

Перегонку считают законченной, если объем жидкости в приемной конической колбе увеличился примерно вдвое. При соблюдении указанных условий продолжительность перегонки составляет (30 ± 5) мин.

Перед окончанием перегонки опускают приемную коническую колбу так, чтобы конец аллонжа оказался над поверхностью раствора серной кислоты, и продолжают перегонку в течение 1—2 мин, затем конец аллонжа ополаскивают дистиллированной водой, сливая ее в приемную колбу.

8.7.4.3 Титрование

Содержимое приемной конической колбы титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3. Титрование продолжают до перехода окраски: при использовании индикатора метилового красного — от красной до желтой, метилового оранжевого — от красной до оранжево-желтой.

Проводят не менее двух параллельных измерений.

8.7.4.4 Параллельно проводят контрольный анализ, внося 1 см^3 дистиллированной воды взамен 1 г молочного сахара.

Проводят не менее двух контрольных анализов.

8.7.5 Обработка результатов

Массовую долю белка X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1)K \cdot 0{,}00014 \cdot 6{,}38}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование серной кислоты в приемной конической колбе в контрольном анализе, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование серной кислоты в основном анализе, см^3;

K — поправочный коэффициент к концентрации раствора гидроокиси натрия;

0,00014 — масса азота, эквивалентная титру раствора серной кислоты молярной концентрации 0,005 моль/дм^3, г;

6,38 — коэффициент пересчета массовой доли общего азота на массовую долю общего белка;

m — масса анализируемой пробы молочного сахара, г.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости.

Окончательный результат должен содержать не более одной значащей цифры.

При определении белка массовой долей не более 1,0 % предел повторяемости (сходимости) r — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости, — при P = 95 % не должен превышать 0,02 %; при определении белка массовой долей более 1,0 % — 0,10 %.

При определении белка массовой долей не более 1,0 % предел воспроизводимости R — абсолютная разность результатов двух измерений, полученных в условиях воспроизводимости, — при P = 95 % не должен превышать 0,04 %; при определении белка массовой долей более 1,0 % — 0,15 %.

Границы абсолютной погрешности измерений при определении белка массовой долей не более 1,0 % составляют ± 0,03 %, при определении массовой доли белка более 1,0 % составляют ± 0,1 %.

Численное значение окончательного результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности.

8.8 Определение массовой доли золы

8.8.1 Сущность метода

Метод основан на сухой минерализации органических веществ пробы молочного сахара путем сжигания.

8.8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Электропечь сопротивления камерная лабораторная или печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры от 50 °С до 1000 °С с отклонениями от заданных значений ± 25 °С.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 мг.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Эксикатор 2-100 (140, 190) по ГОСТ 25336.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147, высокий 3(4).

Щипцы тигельные.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

8.8.3 Проведение измерения

Фарфоровый тигель прокаливают в электропечи в течение (35 ± 5) мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Затем в него помещают 2—3 г молочного сахара и нагревают на электрической плитке до тех пор, пока сахар не обуглится. Обуглившуюся массу озоляют в электропечи при температуре (450 ± 25) °С до пепельно-белого цвета. Затем тигель вынимают при помощи щипцов, переносят в эксикатор для охлаждения и взвешивают.

8.8.4 Обработка результатов

Массовую долю золы в молочном сахаре X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_3 - m_2} \cdot 100, \qquad (6)$$

где m_1 — масса тигля с анализируемой пробой молочного сахара после озоления, г;

m_2 — масса тигля, г;

m_3 — масса тигля с анализируемой пробой молочного сахара до озоления, г.

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

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости: абсолютная разность результатов двух определений не превышает предела повторяемости (сходимости) при P = 95 % — 0,05 %.

Абсолютная разность результатов двух параллельных определений, полученных в условиях воспроизводимости, не должна превышать предела воспроизводимости при P = 95 % — 0,07 %.

Границы абсолютной погрешности измерений при определении массовой доли золы при P = 95 % составляют ± 0,05 %.

8.9 Определение массовой доли хлоридов

8.9.1 Сущность метода

Метод основан на сравнительной оценке интенсивности опалесценции раствора молочного сахара и раствора сравнения.

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

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 мг.

Анализатор потенциометрический типа I по ГОСТ 19881.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Колбы мерные 1(2)-50(1000)-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1(3)-1000-1(2) по ГОСТ 1770.

Пипетки 1(2)-1(2)-1(5, 10, 20) по ГОСТ 29228.

Пробирки П1(П2)-16(14)-150(100) ХС по ГОСТ 25336.

Штатив для пробирок.

Посуда стеклянная с плотно закрывающейся крышкой.

Груша резиновая.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч. д. а.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

8.9.3 Подготовка к проведению измерения

8.9.3.1 Приготовление раствора аммиака

440 см^3 концентрированного аммиака количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают до метки дистиллированную воду. Раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре — не более 1 мес.

8.9.3.2 Приготовление раствора азотной кислоты

К двум частям дистиллированной воды осторожно прибавляют одну часть концентрированной азотной кислоты. Раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

8.9.3.3 Приготовление раствора азотнокислого серебра массовой долей 2 %

20,000 г азотнокислого серебра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла — не более 6 мес.

8.9.3.4 Приготовление основного и контрольного раствора хлор-иона

Для приготовления основного раствора 0,659 прокаленного кристаллического хлористого натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают до метки дистиллированную воду. Раствор тщательно перемешивают. В 1 см^3 основного раствора содержится 0,4 мг хлор-иона.

Для приготовления контрольного раствора 5 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают до метки дистиллированную воду. Раствор тщательно перемешивают. В 10 см^3 контрольного раствора содержится 0,02 мг хлор-иона.

Срок хранения основного раствора в стеклянной посуде с плотно закрывающейся крышкой — не более 1 мес.

Контрольный раствор применяют только свежеприготовленным.

8.9.3.5 Приготовление раствора молочного сахара

2,50 г молочного сахара помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают до метки дистиллированную воду. Раствор тщательно перемешивают до полного растворения молочного сахара.

Раствор применяют только свежеприготовленным.

8.9.3.6 Приготовление раствора сравнения

К 10 см^3 контрольного раствора добавляют 0,5 см^3 раствора азотной кислоты, 0,5 см^3 раствора азотнокислого серебра массовой долей 2 % и перемешивают.

Раствор применяют только свежеприготовленным.

8.9.4 Проведение измерения

К 10 см^3 раствора молочного сахара, доведенного до нейтральной реакции (7 pH) раствором азотной кислоты или раствором аммиака, добавляют 0,5 см^3 раствора азотной кислоты, 0,5 см^3 раствора азотнокислого серебра и перемешивают. Через 5 мин сравнивают опалесценцию раствора молочного сахара и раствора сравнения. Интенсивность опалесценции наблюдают в проходящем свете на темном фоне.

8.9.5 Обработка результатов

Если интенсивность опалесценции раствора молочного сахара не превышает интенсивность опалесценции раствора сравнения, это означает, что массовая доля хлоридов в анализируемой пробе молочного сахара — не более 0,004 %. Более интенсивная опалесценция раствора молочного сахара свидетельствует о том, что массовая доля хлоридов в анализируемой пробе молочного сахара превышает 0,004 %.

Параллельно ставят контрольную пробу. Для этого используют 10 см^3 дистиллированной воды и определение проводят как описано выше. Контрольная проба не должна опалесцировать. Наличие опалесценции контрольной пробы свидетельствует о загрязненности используемой воды, азотной кислоты или посуды, а следовательно, о непригодности их для проведения анализа.

8.10 Определение титруемой кислотности

8.10.1 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации кислот раствором гидроокиси натрия с применением в качестве индикатора раствора фенолфталеина.

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

Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы по ГОСТ 3624 (раздел 3).

Колбы конические Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

8.10.3 Проведение измерения

В коническую колбу вместимостью 200 см^3 количественно переносят пробу молочного сахара, которая составляет: для фармакопейного и рафинированного молочного сахара — 10,00 г; для пищевого и технического молочного сахара — 5,00 г. К пробе молочного сахара добавляют дистиллированную воду температурой (45 ± 5) °С в количестве: 90 см^3 для фармакопейного и рафинированного молочного сахара и 95 см^3 для пищевого и технического молочного сахара. К полученному раствору добавляют 3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 до появления не исчезающего в течение 1 мин слабо-розового окрашивания.

8.10.4 Обработка результатов

Титруемую кислотность, в градусах Тернера (°Т), находят умножением объема (см^3) раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, затраченного на нейтрализацию кислот, на следующие коэффициенты:

10 — для фармакопейного и рафинированного молочного сахара;

20 — для пищевого и технического молочного сахара.

Результат вычислений округляют до целых чисел.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости: абсолютная разность результатов двух параллельных измерений — предел повторяемости (сходимости) при P = 95 % не превышает 1 °Т.

Предел воспроизводимости — абсолютная разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности P = 95 %, не должен превышать 3 °Т.

Границы допускаемой абсолютной погрешности при определении титруемой кислотности составляют ± 2 °Т.

8.11 Определение удельного вращения плоскости поляризации

8.11.1 Сущность метода

Метод основан на определении удельного вращения плоскости поляризации при помощи кругового поляриметра и применим при определении удельного вращения плоскости поляризации фармакопейного и рафинированного молочного сахара.

8.11.2 Средства измерений и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г.

Поляриметр круговой типа СМ, имеющий точность отсчета угла по лимбу, равную 0,05°.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Пипетки 1(2)-1(2)-1(5, 10, 20) по ГОСТ 29228.

Колбы П-1-1000-29/32 ТС или П-2-1000-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1(2)-100(500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

8.11.3 Подготовка к проведению измерения

8.11.3.1 Приготовление раствора молочного сахара

5,00 г молочного сахара переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают до метки дистиллированную воду. Раствор тщательно перемешивают до полного растворения молочного сахара.

Раствор применяют только свежеприготовленным.

8.11.3.2 Приготовление раствора аммиака

440 $см^3$ концентрированного аммиака количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, приливают до метки дистиллированную воду.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре – не более 1 мес.

8.11.4 Проведение измерения

К приготовленному раствору молочного сахара добавляют 2 капли раствора аммиака. По истечении 20 мин раствор поляризуют на круговом поляриметре согласно инструкции к прибору. Удельное вращение должно быть в пределах от + 52,0° до + 53,5° включительно.

Границы абсолютной погрешности при определении удельного вращения плоскости поляризации фармакопейного и рафинированного молочного сахара составляют ± 0,1°.

8.12 Определение индекса растворимости

8.12.1 Сущность метода

Метод основан на измерении объема сырого осадка в восстановленной пробе молочного сахара.

8.12.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Центрифуга лабораторная стационарная со скоростью вращения не менее 1000 об/мин.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С.

Баня водяная.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Пробирки П-1-10-0,1—ХС по ГОСТ 1770.

Штатив для пробирок.

Пипетка 1(2)-1(2)-10 по ГОСТ 29228.

Пробки резиновые.

Палочки стеклянные тонкие.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Пергамент растительный по ГОСТ 1341.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

8.12.3 Подготовка к проведению измерения

3,50 г молочного сахара дважды взвешивают на листке пергамента и переносят его в центрифужные пробирки, добавляют 5 $см^3$ дистиллированной воды температурой (70 ± 5) °С. Содержимое пробирок тщательно перемешивают тонкими стеклянными палочками.

Пробирки ставят в водяную баню с температурой (70 ± 5) °С, где выдерживают до полного растворения молочного сахара. Палочки вынимают, ополаскивают дистиллированной водой, сливая воду в те же пробирки, добавляют воду до метки 10 $см^3$. Пробирки закрывают резиновыми пробками и энергично встряхивают в течение 1 мин.

8.12.4 Проведение измерения

Пробирки помещают в патроны центрифуги, располагая их строго симметрично, одна против другой. Центрифугируют пробирки в течение 5 мин, считая с момента достижения скорости вращения центрифуги 1000 об/мин.

8.12.5 Обработка результатов

Держа пробирку пробкой вниз, по шкале пробирки отсчитывают объем сырого осадка в кубических сантиметрах. Если поверхность осадка не горизонтальна, то отсчет проводят по средней линии между нижней и верхней границами осадка.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости: абсолютная разность результатов двух измерений — предел повторяемости (сходимости) при P = 95 % не превышает 0,1 $см^3$.

Предел воспроизводимости — абсолютная разность результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях воспроизводимости, — при P = 95 % не должен превышать 0,2 $см^3$.

Границы допускаемой абсолютной погрешности при определении объема взвешенного осадка при P = 95 % составляют ± 0,1 $см^3$.

8.13 Определение группы чистоты

8.13.1 Сущность метода

Метод основан на определении количества механических включений с помощью фильтрования и сравнении фильтра с образцом сравнения.

8.13.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы по ГОСТ 8218.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Образец сравнения для определения группы чистоты по ГОСТ 8218.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Колбы конические Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1-250-1 по ГОСТ 1770.

Пергамент растительный по ГОСТ 1341.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

8.13.3 Проведение измерения

К 30,00 г молочного сахара приливают 220 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают на электрической плитке до температуры (65 ± 5) °С до полного растворения молочного сахара и фильтруют. По окончании фильтрования фильтр помещают на лист пергамента и просушивают на открытом воздухе, предохраняя от попадания пыли.

8.13.4 Обработка результатов

В зависимости от количества механических включений на фильтре молочный сахар подразделяют на две группы чистоты (I или II) путем сравнивания фильтра с образцом сравнения.

8.14 Определение микробиологических показателей:

- количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов и бактерий группы кишечных палочек — по ГОСТ Р 53430;
- Staphylococcus aureus — по ГОСТ 30347;
- патогенных микроорганизмов, в том числе сальмонелл — по ГОСТ Р 52814;
- дрожжей и плесневых грибов — по ГОСТ 10444.12.

8.15 Определение токсичных элементов:

- свинца — по ГОСТ Р 51301, ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538, [8];
- мышьяка — по ГОСТ Р 51766, ГОСТ Р 51962, ГОСТ 26930, ГОСТ 30538;
- кадмия — по ГОСТ Р 51301, ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538, [8];
- ртути — по ГОСТ 26927, [9].

8.16 Определение микотоксинов

Определение содержания микотоксинов (афлатоксина M_1) — по ГОСТ 30711, [10].

8.17 Определение пестицидов

Определение содержания пестицидов — по ГОСТ 23452, [11] — [13].

8.18 Определение радионуклидов

Определение содержания радионуклидов — по ГОСТ Р 54016, ГОСТ Р 54017, [7].

9 Транспортирование и хранение

9.1 Молочный сахар перевозят в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на транспорте соответствующего вида.

9.2 Транспортирование и хранение молочного сахара осуществляют при температуре не выше 20 °С и относительной влажности воздуха не более 80 %.

9.3 Молочный сахар хранят упакованным в транспортную тару, уложенную на рейках, решетках, поддонах, в чистых, сухих и хорошо вентилируемых помещениях.

Хранение молочного сахара совместно с другими пищевыми продуктами со специфическим запахом не допускается.

9.4 Срок годности молочного сахара (кроме мелкокристаллического) — не более 12 мес, мелкокристаллического молочного сахара — не более 6 мес.

Изготовитель вправе пролонгировать срок годности молочного сахара в соответствии с [14].

9.5 Транспортирование и хранение молочного сахара, отправляемого в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, — по ГОСТ 15846.

Приложение А
(справочное)

Пищевая и энергетическая ценность 100 г молочного сахара

А.1 Пищевая и энергетическая ценность 100 г молочного сахара приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование молочного сахара	Белок, г	Углеводы, г	Энергетическая ценность, ккал
Фармакопейный	0,05	99,1	396,4
Обычный рафинированный	0,1	98,6	394,4
Мелкокристаллический рафинированный	0,1	98,5	394,0
Обычный пищевой	1,0	95,7	382,8
Мелкокристаллический пищевой	1,0	95,6	382,4
Технический (сырец)	1,9	93,1	372,4

Приложение Б
(справочное)

Пример надписи на этикетке

Товарный знак (при наличии) Манипуляционный знак «Беречь от влаги»	ФГУП Угличский экспериментальный сырзавод Россельхозакадемии (ФГУП УЭСЗ) Россия, 152613, г. Углич, Ярославской обл., Рыбинское шоссе, 22в Тел/факс (48532) 5-39-40
Сахар молочный пищевой мелкокристаллический ГОСТ Р 54664—2011 Изготовлен из молочной сыворотки Пищевая ценность 100 г продукта, г: белок — 1,0; углеводы — 95,6 Энергетическая ценность 100 г продукта — 382,4 ккал Условия хранения. температура не выше 20 °С, относительная влажность воздуха не более 80 % Масса нетто 25 кг Произведено Годен до	

Библиография

[1] Федеральный закон Российской Федерации от 12.06.2008 № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (с изменением)

[2] СанПиН 2.1.4.1074—2001 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества

[3] СанПиН 2.3.2.1293—2003 Продовольственное сырье и пищевые добавки. Гигиенические требования по применению пищевых добавок

[4] МР 2.3.2.2327—2008 Методические рекомендации по организации производственного микробиологического контроля на предприятиях молочной промышленности (с атласом значимых микроорганизмов)

[5] Инструкция по порядку и периодичности контроля за содержанием микробиологических и химических загрязнителей в молоке и молочных продуктах на предприятиях молочной промышленности, утвержденная Пищепромдепартаментом Минсельхоза России 29.12.95 г.

[6] МУК 4.1.787—99 Определение массовой концентрации микотоксинов в продовольственном сырье и продуктах питания. Подготовка проб методом твердофазной экстракции

[7] МУК 2.6.1.1194—2003 Радиационный контроль. Стронций-90 и Цезий-137. Пищевые продукты. Отбор проб, анализ и гигиеническая оценка

[8] МУК 4.1.986—2000 Методика выполнения измерений массовой доли свинца и кадмия в пищевых продуктах и продовольственном сырье методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии

[9] МУ 5178—90 Методические указания по обнаружению и определению содержания общей ртути в пищевых продуктах методом беспламенной атомной абсорбции

[10] МУ 4082—86 Методические указания по определению содержания афлатоксинов в продовольственном сырье и пищевых продуктах с помощью тонкослойной хроматографии и высокоэффективной жидкостной хроматографии

[11] МУ 3151—84 Методические указания по избирательному определению хлорорганических пестицидов в биологических средах

[12] МУ 4362—87 Методические указания по систематическому ходу анализа биологических сред на содержание пестицидов различной химической природы

[13] МУ 6129—91 Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом абсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографии

[14] СанПиН 2.3.2.1324—2003 Гигиенические требования к срокам годности и условиям хранения пищевых продуктов

УДК 637.345:006.354 ОКС 67.100.99 Н17 ОКП 92 2920

Ключевые слова: молочный сахар, термины и определения, классификация, технические требования, характеристики, требования к сырью, маркировка, упаковка, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 13.08.2012. Подписано в печать 30.08.2012. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,40. Тираж 226 экз. Зак. 742.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru