МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Продукты молочные для детского питания

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САХАРОЗЫ

Издание официальное

БЗ 4—98/714

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ВНИМИ) и Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 186 «Молоко и молочные продукты»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15—99 от 28 мая 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 23 сентября 1999 г. № 309-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30648.7—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 октября 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Продукты молочные для детского питания

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САХАРОЗЫ

Infant milk products.
Methods for determination of sucrose

Дата введения 2000—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочные продукты для детского питания жидкие и сухие, в состав которых входит сахароза, и устанавливает поляриметрический и йодометрический методы определения массовой доли сахарозы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 22—94 Сахар-рафинад. Технические условия

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3309—84 Часы настольные и настенные балансовые механические. Общие технические условия

ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия

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

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4457—74 Калий бромноватокислый. Технические условия

ГОСТ 4462—78 Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 5833—75 Сахароза. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10733—79 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Отбор и подготовка проб

Отбор проб и подготовка их к измерениям — по ГОСТ 26809.

4 Поляриметрический метод

Сущность метода заключается в разрушении всех сахаров, кроме сахарозы, при кипячении со щелочным буферным раствором и поляриметрическом измерении угла поляризации с последующим расчетом массовой доли сахарозы.

4.1 Аппаратура, реактивы и материалы

Сахариметр* [1].

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го и 4-го классов с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 500 г соответственно.

pH-метр с диапазоном измерения, включающим pH-13, ценой деления шкалы не более 0,05 pH.

Часы наручные механические по ГОСТ 10733, 2-го класса точности, 4-й группы.

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

Бани водяные, обеспечивающие поддержание температуры 0—100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Стаканы по ГОСТ 25336 В-1-100 ТС, Н-1-100 ТС.

Колбы по ГОСТ 25336 Кн-1-250 ТС, КН-2-250 ТС.

Пипетки по ГОСТ 29227 2-го типа, исполнения 1 или 2, 2-го класса точности, вместимостью 5 и 25 $см^3$.

Бюретки по ГОСТ 29251 1-1-2-25-0,1.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 исполнения 1, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 100, 200, 1000 $см^3$.

Воронки по ГОСТ 25336 В-36-50 ХС, В-75-110 ХС, ВС-100-150 ХС.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, ч. д. а.; водный раствор массовой концентрации 300 $г/дм^3$.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х. ч. или ч. д. а.; водный раствор массовой концентрации 150 $г/дм^3$.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. или ч. д. а.

Натрия гидроокись, стандарт-титр [2] или натрия гидроокись по ГОСТ 4328; х. ч. или ч. д. а.; водные растворы молярной концентрации c (NaOH) = 1 $моль/дм^3$ и c (NaOH) = 0,1 $моль/дм^3$.

Натрий тетраборнокислый десятиводный по ГОСТ 4199, х. ч.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457, х. ч.; водный раствор молярной концентрации с ($KBrO_3$) = 0,2 $моль/дм^3$.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Натрий серноватистокислый 5-водный по ГОСТ 27068, х. ч.; раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$) = 0,1 $моль/дм^3$.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.; водный раствор молярной концентрации c (HCl) = 4 $моль/дм^3$.

Кальций хлористый прокаленный по ГОСТ 450.

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

---

* Сахариметр с диапазоном измерений в международных сахарных градусах при длине волны 589,3 нм, °S, от минус 40 до плюс 120 ценой деления отсчетного устройства, °S, не более 0,05; с пределом допускаемой основной погрешности, °S, ± 0,05.

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.

4.2 Подготовка к проведению измерений

4.2.1 *Приготовление водного раствора уксуснокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм³*

300 г уксуснокислого цинка взвешивают с отсчетом показаний до 0,1 г и растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³.

4.2.2 *Приготовление водного раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм³*

150 г железистосинеродистого калия взвешивают с отсчетом показаний до 0,1 г и растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³.

4.2.3 *Приготовление водных растворов гидроокиси натрия молярных концентраций с (NaOH) = = 0,1 моль/дм³ и с (NaOH) = 1 моль/дм³*

При приготовлении водных растворов из стандарт-титров в каждую мерную колбу вместимостью 1000 см³ и 100 см³ количественно переносят содержимое одной ампулы с помощью дистиллированной воды. Объемы растворов доводят водой до метки и перемешивают.

При приготовлении водных растворов из реактива в мерные колбы вместимостью 1000 см³ и 100 см³ вносят по 4,00 г гидроокиси натрия, взвешенного с отсчетом показаний до 0,005 г, растворяют в дистиллированной воде и доводят объемы растворов до меток.

4.2.4 *Приготовление буферного раствора*

Для разрушения содержащейся в пробе лактозы используют буферный раствор, составленный из 40 см³ водного раствора тетрагидробората натрия массовой концентрации 19,07 г/дм³, 60 см³ водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ и 16 см³ водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1,0 моль/дм³. Активная кислотность буферного раствора должна быть 13,1—13,5 pH.

4.2.5 *Приготовление водного раствора бромноватокислого калия молярной концентрации с ($KBrO_3$) = 0,2 моль/дм³*

4.2.5.1 Приготовление раствора из фиксанала

Содержимое одной ампулы фиксанала переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в плотно закупоренной бутыли, не допуская резких колебаний температуры. Проверяют титр по раствору тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ по 4.2.5.3.

4.2.5.2 Приготовление раствора из реактива

5,57 бромноватокислого калия, предварительно высушенного при 150 °С и взвешенного с отсчетом показаний до 0,005 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят объем водой до метки. Проверяют титр по раствору тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ по 4.2.5.3.

4.2.5.3 Установление титра бромноватокислого калия

В коническую колбу вместимостью 250—300 см³ с притертой пробкой отмеряют 25 см³ приготовленного раствора бромноватокислого калия, прибавляют 2,0 г йодистого калия и 5 см³ концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм³.

После перехода окраски титруемого раствора из бурой в желтоватую добавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Проводят контрольный опыт, используя 25 см³ воды вместо раствора бромноватистокислого калия. Если после добавления крахмала раствор окрашивается в синий цвет, его титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм³ до обесцвечивания. Коэффициент поправки K на исходную концентрацию бромноватистокислого калия рассчитывают по формуле

$$K = \frac{V - V_1}{V_2}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на контрольный опыт, см³;

V_2 — объем раствора бромноватокислого калия, взятый для титрования, см³.

4.2.6 *Приготовление водного раствора соляной кислоты молярной концентрации с (HCl) = = 4 моль/дм³*

64 см³ концентрированной соляной кислоты (плотностью 1190 кг/м³) помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доливают дистиллированной воды, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и доводят объем раствора водой до метки.

4.2.7 *Приготовление водного раствора двухромовокислого калия молярной концентрации с ($K_2Cr_2O_7$) = 0,017 моль/дм³*

4,9038 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 100 °С, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют и доводят водой объем раствора до метки. Допускается приготовление раствора с использованием соответствующего стандартного раствора.

4.2.8 *Приготовление водного раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с ($Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³*

24,8 г тиосульфата натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде, прибавляют 0,2 г безводного углекислого натрия и доводят объем раствора водой до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют дистиллированную свежепрокипяченную воду. Охлаждают воду в колбе, закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками прокаленного или гранулированного хлористого кальция.

Титр раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом. В коническую колбу вместимостью 500 или 750 см³ вносят 1—2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 см³ воды, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1 : 5 по объему, и 20 см³ 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 см³ раствора крахмала и для более четкого определения окончания титрования 250—300 см³ воды. Титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого.

Отношение объема раствора двухромовокислого калия к объему раствора тиосульфата натрия, в кубических сантиметрах, израсходованного на титрование, является поправкой к титру раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

4.2.9 *Подготовка пробы сухого продукта*

В стакан вместимостью 100 см³ помещают пробу сухого продукта, взвешенную с отсчетом показаний до 0,005 г, а затем небольшими порциями добавляют дистиллированную воду, нагретую до (45 ± 2) °С. Отношение массы пробы к массе воды должно соответствовать требованиям нормативного документа на конкретный продукт.

Продукт тщательно растирают стеклянной палочкой до получения однородной массы или используют магнитную мешалку в течение 5 мин.

4.3 Проведение измерений

4.3.1 *Приготовление фильтрата*

Взвешивают в стакан вместимостью 100 см³ (26,00 ± 0,01) г жидкого или восстановленного сухого продукта. Пробу тщательно перемешивают стеклянной палочкой с примерно равным объемом дистиллированной воды температурой (45 ± 2) °С и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, смывая стакан несколько раз водой. Для смыва используют не более 100 см³ воды (т. е. половину объема колбы).

Колбу с пробой охлаждают до (20 ± 2) °С и прибавляют 5 см³ раствора уксуснокислого цинка и 5 см³ железистосинеродистого калия.

После добавления каждого раствора содержимое колбы осторожно перемешивают во избежание образования пузырьков. Содержимое колбы доводят водой до метки, тщательно перемешивают и спустя 10 мин раствор фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу.

4.3.2 25 см³ фильтрата вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют в колбу 25 см³ буферного раствора и выдерживают колбу в кипящей водяной бане 4—5 мин, постоянно перемешивая. Затем колбу с раствором тотчас охлаждают в проточной воде до (20 ± 2) °С и добавляют 3 см³ концентрированной уксусной кислоты. В колбу доливают до метки дистиллированную воду, тщательно перемешивают и фильтруют раствор через сухой складчатый фильтр.

4.3.3 Фильтрат поляризуют без светофильтра в поляриметрической кювете длиной 400 мм.

Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по 3—5 отсчетов по шкале сахариметра. Среднее арифметическое значение показаний шкалы сахариметра P находят из 6—10 отсчетов.

4.3.4 *Определение поправки на объем осадка*

В процессе получения осветленного фильтрата по 4.3.1 после добавления уксуснокислого цинка и железистосинеродистого калия в мерную колбу вместимостью 200 см³ пипеткой вносят 50 см³ раствора броноватокислого калия молярной концентрации 0,2 моль/дм³. Далее поступают так, как указано в 4.3.1.

25 см³ полученного фильтрата пипеткой вносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³, добавляют 0,6 г йодистого калия и 5 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 4 моль/дм³. Перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³. После перехода окраски титруемого раствора из бурой в желтоватую прибавляют в колбу 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Поправку K_1 на объем осадка для данного вида продукта рассчитывают до третьего десятичного знака по формуле

$$K_1 = \frac{12,5}{V_3}, \qquad (2)$$

где 12,5 — теоретический объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, необходимый для титрования бромноватокислого калия, оставшегося в фильтрате, см³;

V_3 — объем раствора тиосульфата натрия, фактически израсходованный на титрование, см³.

Для определения поправки K_1 проводят 3—5 параллельных измерений с расчетом до четвертого десятичного знака и вычисляют среднее арифметическое значение, округляя его до третьего десятичного знака. При этом расхождение между наибольшим и наименьшим значением результатов параллельных измерений не должно быть более 0,100.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю сахарозы X, %, в жидком или восстановленном сухом продукте рассчитывают по формуле

$$X = 4 \cdot P \cdot K_1, \qquad (3)$$

где P — показание сахариметра, %;

K_1 — поправка на объем осадка для данного вида продукта по 4.3.4;

4 — коэффициент для пересчета показаний сахариметра в массовую долю сахарозы.

4.4.2 Массовую долю сахарозы в сухом продукте X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot \frac{m + m_1}{m}, \qquad (4)$$

где X — массовая доля сахарозы в восстановленном сухом продукте, %;

m — масса сухого продукта, взятого для восстановления, в соответствии с 4.2.9, г;

m_1 — масса воды, добавленной для восстановления сухого продукта, в соответствии с 4.2.9, г.

4.4.3 За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

Сходимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) не должна превышать 0,2 %.

Воспроизводимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 1,0 %.

Абсолютная погрешность измерений ± 0,5 % при вероятности $P = 0,95$.

5 Йодометрический метод

Сущность метода заключается в окислении редуцирующих сахаров, содержащих альдегидную группу (глюкоза, мальтоза, лактоза), йодом в щелочной среде. Массовую долю сахарозы определяют по разности между массой йода, израсходованной на окисление редуцирующих сахаров до и после инверсии сахарозы.

5.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го и 4-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 500 г соответственно.

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

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

Бани водяные термостатируемые, позволяющие поддерживать температуру от 0 до 100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Мешалка магнитная, обеспечивающая частоту вращения не менее 600 мин $^{-1}$.

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

Цилиндры по ГОСТ 1770 1-10-2, 3-50-2, 3-100-2.

Пипетки по ГОСТ 29227 типа использования 1 или 2, 2-го класса точности, вместимостью 1, 5, 10, 25 см^3.

Бюретки по ГОСТ 29251 1-1-2-50-0,1.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2.

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

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

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, или свежевысушенным силикагелем, обработанным сульфатом кобальта по ГОСТ 4462.

Палочки стеклянные оплавленные длиной 10 см.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д.а.; водные растворы молярной концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 и c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

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

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.; водный раствор молярной концентрации c (HCl) = 7,3 моль/дм^3 и c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 и раствор, разбавленный дистиллированной водой в соотношении кислоты и воды 1 : 5 по объему.

Йод металлический по ГОСТ 4159, ч. д. а.; водный раствор молярной концентрации c (I_2) = 0,1 моль/дм^3.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.; водный раствор молярной концентрации c ($K_2Cr_2O_7$) = 0,017 моль/дм^3.

Метиловый оранжевый (индикатор) [3]; водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Сахароза по ГОСТ 5833, ч. д. а. или сахар-рафинад по ГОСТ 22.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

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

Кальций хлористый 2-водный [4].

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068, х. ч; водный раствор молярной концентрации с ($Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3.

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.

5.2 Подготовка к проведению измерений

5.2.1 Приготовление водного раствора сернокислой меди

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

5.2.2 *Приготовление водного раствора соляной кислоты для инверсии молярной концентрации c (HCl) = 7,3 моль/дм^3*

К 120 см^3 соляной кислоты плотностью 1190 кг/м^3 добавляют 80 см^3 воды.

5.2.3 *Приготовление водного раствора йода молярной концентрации c (I_2) = 0,1 моль/дм^3*

12,7 г мелко растертого йода переносят в химический стакан вместимостью 100 или 150 см^3, прибавляют 20—25 г йодистого калия и 25 см^3 воды. Смесь перемешивают время от времени для ускорения растворения. Когда йод полностью растворится, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, ополаскивают стакан водой, и доводят объем его до метки, после этого содержимое колбы хорошо перемешивают.

5.2.4 *Приготовление водного раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3*

Раствор тиосульфата натрия приготавливают, как указано в 4.2.8.

Титр раствора тиосульфата натрия X_2, г/см³, в пересчете на сахарозу, рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}0171 \cdot 20}{V_4}, \quad (5)$$

где 0,0171 — массовая концентрация сахарозы, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, г/см³;

20 — объем раствора двухромовокислого калия, см³;

V_4 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 20 см³ раствора двухромовокислого калия, см³.

5.2.5 *Подготовка сахара-рафинада*

Вместо сахарозы допускается применять сахар-рафинад, предварительно высушенный в эксикаторе над концентрированной серной кислотой или прокаленным хлористым кальцием в течение 3 сут. Высушенный сахар-рафинад содержит не менее 99,9 % сахарозы.

5.3 Проведение измерений

5.3.1 *Приготовление фильтрата жидких молочных продуктов*

В химический стакан вместимостью 100 см³ помещают (5,00 ± 0,01) г продукта массовой долей сахарозы 10 % и более или (10,00 ± 0,01) г продукта массовой долей сахарозы менее 10 %. В стакан с продуктом прибавляют 25 см³ воды температурой (20 ± 2) °С, содержимое стакана тщательно перемешивают оплавленной стеклянной палочкой и количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см³. Общий объем жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до половины объема мерной колбы. Колбу закрывают пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают.

В колбу вносят 10 см³ раствора сернокислой меди по 5.2.1, хорошо перемешивают и дают отстояться 1 мин. Затем добавляют 4 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм³, содержимое колбы вновь тщательно перемешивают круговыми движениями, не взбалтывая, чтобы в осадок не попал воздух, и составляют в покое на 5 мин. После появления 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 см³ фильтрата отбрасывают.

5.3.2 *Приготовление фильтрата сухих молочных продуктов*

В химический стакан вместимостью 100 см³ помещают (5,00 ±0,01) г сухих молочных продуктов. Добавляют постепенно небольшими порциями 10 см³ воды температурой 70—75 °С, растирая смесь стеклянной палочкой до получения однородной массы или используя магнитную мешалку в течение 5 мин. Содержимое переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 см³, смывая стакан водой температурой (20 ± 2) °С. Общее количество жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до половины объема колбы. Прибавляют в колбу 10 см³ раствора сернокислой меди по 5.2.1. Далее фильтрат готовят, как указано в 5.3.1 в соответствии с методикой приготовления фильтрата жидких молочных продуктов.

5.3.3 *Определение редуцирующей способности фильтрата до инверсии*

5.3.3.1 В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³ приливают пипеткой 25 см³ фильтрата, приготовленного, как указано в 5.3.1 или 5.3.2, и 25 см³ раствора йода по 5.2.3. Смесь перемешивают и затем медленно приливают из бюретки 37,5 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ при постоянном перемешивании содержимого колбы. Закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте на 20 мин при (20 ± 2) °С.

5.3.3.2 Через 20 мин в колбу приливают 8 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм³, 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.

5.3.4 *Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии*

25 см³ фильтрата, приготовленного, как указано в 5.3.1 или 5.3.2, вносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ и, неплотно закрыв колбу пробкой с пропущенным в нее термометром так, чтобы ртутный шарик находился в жидкости, нагревают колбу на водяной бане до 65—70 °С.

Приоткрыв пробку, приливают в колбу пипеткой 2,5 см³ соляной кислоты молярной концентрации 7,3 моль/дм³ для инверсии и перемешивают содержимое круговыми движениями. 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 в колбу добавляют 1 каплю раствора метилового оранжевого, при непрерывном тщательном помешивании круговыми движениями медленно приливают раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм³ до слабокислой реакции, при которой окраска раствора переходит из розовой в желтовато-оранжевую. В начале нейтрализации термометр вынимают из колбы, и, ополоснув его кончик первыми порциями раствора гидроокиси натрия, помещают в ту же колбу.

К нейтрализованному раствору приливают 25 см³ раствора йода, затем медленно приливают, при постоянном помешивании, 37,5 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте на 10 мин при (20 ± 2) °С. Далее определение проводят, как указано в 5.3.3.2. Конец титрования устанавливают по переходу окраски из сине-фиолетовой в бледно-розовую.

5.4 Обработка результатов

Массовую долю сахарозы X_3, %, рассчитывают по формуле

$$X_3 = \frac{(V_5 - V_6) \cdot T \cdot 0{,}99 \cdot 100}{m_2}, \qquad (6)$$

где V_5 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование до инверсии, см³;

V_6 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование после инверсии, см³;

T — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в сахарозе, г/см³;

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

m_2 — масса продукта, соответствующая 25 см³ фильтрата, взятая для титрования и равная 0,5 г или 1,0 г при исходной массе пробы 5 г или 10 г, соответственно по 5.3.1. и 5.3.2, г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли сахарозы в проценты.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

Сходимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) не должна превышать 0,3 %.

Воспроизводимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 3,0 %.

Абсолютная погрешность измерений ± 1,5 % при вероятности $P = 0{,}95$.

5.5. Проведение контрольного измерения (для проверки концентрации приготовленных растворов)

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

Далее измерения проводят так, как указано в 5.3. Если в контрольном растворе рассчитанное по 5.4 значение массовой доли сахарозы не превышает (43,5 ± 0,3) %, то вносят соответствующую поправку в результаты расчета. Если значение массовой доли сахарозы превышает (43,5 ± 0,3) %, то растворы заменяют.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 25-05.ЭД12417—78 Сахариметр универсальный СУ-4

[2] ТУ 6-09-2540-87 Стандарт-титры (фиксаналы, нормадозы)

[3] ТУ 6-09-5171—84 Метиловый оранжевый, индикатор

[4] ТУ 6-09-5077—87 Реактивы. Кальций хлористый 2-водный для мясной и молочной промышленности, ч.

УДК 637.1.001.4 : 006.354 МКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: молочные продукты для детского питания жидкие и сухие; поляриметрический метод, сахариметр, йодометрический метод, массовая доля сахарозы

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.09.99. Подписано в печать 25.10.99. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 402 экз. С3857. Зак. 886.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru