МКС 67.180.10

ИЗМЕНЕНИЕ № 1 СТБ 2084-2010

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ
Технические условия

МЕЛЕС ЦУКРОВАБУРАЧНЫ
Тэхнічныя ўмовы

Введено в действие постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 06.09.2017 № 72

Дата введения 2017-12-01

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Настоящий стандарт распространяется на мелассу свекловичную, представляющую собой побочную продукцию, полученную при переработке сахарной свеклы по [1], предназначенную для производства этилового спирта, лимонной кислоты, хлебопекарных и кормовых дрожжей и для использования в качестве добавки в корм сельскохозяйственным животным.».

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):»;

заменить ссылки: «СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования» на «СТБ 1053-2015 Радиационный контроль. Отбор проб пищевой продукции. Общие требования», «ГОСТ 13496.19-93» на «ГОСТ 13496.19-2015», «ГОСТ 26668-85 Продукты пищевые и вкусовые. Методы отбора проб для микробиологических анализов» на «ГОСТ 31904-2012 Продукты пищевые. Методы отбора проб для микробиологических испытаний»;

дополнить ссылками:

«ТР ТС 005/2011 О безопасности упаковки

ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции

ТР ТС 022/2011 Пищевая продукция в части ее маркировки

ТР 2010/025/BY Корма и кормовые добавки. Безопасность

ГОСТ 29329-92 Весы для статического взвешивания. Общие технические требования»;

примечание. Первый абзац. Заменить слова: «технических нормативных правовых актов в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА)» на «ТНПА»;

второй абзац. Заменить слово: «замененными» на «заменяющими».

Подпункт 3.1.1 изложить в новой редакции:

«**3.1.1** Свекловичная меласса должна соответствовать требованиям настоящего стандарта и производиться с учетом требований ТР ТС 021, ТР 2010/025/BY и с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных в установленном порядке.».

Подпункт 3.1.2 исключить.

Подпункт 3.1.3. Таблица 1. Исключить показатель «Вкус» и его значение.

Подпункт 3.1.4. Таблицу 2 изложить в новой редакции:

«Таблица 2 – Физико-химические показатели

Наименование показателя	Значение показателя
Массовая доля сухих веществ, %, не менее	75,0
Массовая доля сахарозы, %, не менее	35,0
Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров, %, не менее	36,0
Величина pH	От 6,0 до 9,5
Примечание – Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров регламентируется только для свекловичной мелассы, используемой для производства этилового спирта.».	

Подпункт 3.1.6. Заменить слова: «пищевых продуктов» на «пищевой продукции».

Подпункт 3.1.7. Заменить слова: «в качестве корма сельскохозяйственным животным» на «в качестве добавки в корм сельскохозяйственным животным».

Подпункт 3.1.8. Заменить слова: «пищевых продуктов» на «пищевой продукции»;

исключить слова: «, утвержденные Министерством здравоохранения Республики Беларусь (далее – Минздрав)»;

gost.e-ecolog.ru

дополнить абзацем:

«Свекловичная меласса, используемая в качестве добавки в корм сельскохозяйственным животным, по содержанию радионуклидов должна соответствовать требованиям, установленным в [2].».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции:

«**3.2 Требования к сырью**

При производстве свекловичной мелассы используется сахарная свекла по СТБ 1893, по показателям безопасности соответствующая требованиям ТР ТС 021, [3], [3а], [3б].».

Подпункт 3.3.1 изложить в новой редакции:

«**3.3.1** Свекловичную мелассу разливают в железнодорожные цистерны по СТБ ГОСТ Р 51659 или автоцистерны для пищевых жидкостей по ГОСТ 9218 (далее – цистерны). Допускается использовать другие виды емкостей, разрешенные в установленном порядке для контакта с пищевой продукцией, обеспечивающие сохранность и качество свекловичной мелассы при транспортировании и хранении.

Упаковка (укупорочные средства), используемая при упаковывании, должна обеспечивать сохранность, качество и безопасность свекловичной мелассы в течение срока годности и соответствовать требованиям, установленным в ТР ТС 005.».

Подпункт 3.4.1 дополнить словами: «, ТР ТС 022».

Подпункт 3.4.3. Заменить слово: «получателя» на «приобретателя»;

шестой и одиннадцатый абзацы исключить;

дополнить абзацем (после последнего):

«При отгрузке нескольких цистерн в один адрес допускается сопровождать их одной товарно-транспортной накладной.».

Пункт 4.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Партией считают определенное количество свекловичной мелассы, однородной по качеству, помещенной одним изготовителем в однородную транспортную упаковку, отгружаемое одному приобретателю в одной или нескольких транспортных единицах и оформленное одним комплектом товаросопроводительных документов, обеспечивающих прослеживаемость мелассы.».

Пункт 4.2. Исключить слова: «(при отгрузке железнодорожным транспортом каждая цистерна, входящая в партию)».

Пункт 4.3. Пятый и шестой абзацы исключить.

Седьмой абзац. Заменить слова: «срок и условия хранения» на «срок годности и условия хранения»;

дополнить абзацами (после седьмого):

«– единый знак обращения продукции на рынке Евразийского экономического союза (для мелассы, предназначенной для изготовления из нее пищевой продукции);

– знак соответствия требованиям технического регламента ТР 2010/025/BY (для мелассы, используемой в качестве добавки в корм сельскохозяйственным животным).

Допускается нанесение обоих знаков в одном удостоверении качества и безопасности;».

Пункт 4.5. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Контроль качества свекловичной мелассы по органолептическим и физико-химическим показателям при приемке осуществляют в каждой партии.».

Пункт 4.6 и подпункт 5.1.3. Заменить слова: «получателем» на «приобретателем» (2 раза).

Пункты 4.8–4.10 изложить в новой редакции:

«**4.8** Микробиологические показатели контролируют при приемке в каждой партии.

4.9 Контроль содержания токсичных элементов и пестицидов осуществляют в соответствии с порядком, установленным изготовителем, с учетом требований законодательства Республики Беларусь, но не реже одного раза в квартал.

4.10 Контроль содержания нитратов и нитритов осуществляют согласно схеме лабораторного контроля, утвержденной в установленном порядке, но не реже одного раза в квартал.».

Раздел 4 дополнить пунктом 4.12:

«**4.12** Контроль массы нетто, качества упаковки и маркировки при приемке осуществляют в каждой партии.».

Подпункт 5.1.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Пробы, предназначенные для хранения по 5.1.3, помещают в чистую сухую упаковку, обеспечивающую герметичность.».

Подпункт 5.1.5. Четвертый–седьмой абзацы исключить;

восьмой абзац изложить в новой редакции:

«– даты отбора проб;».

Подпункт 5.1.6. Первый абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 26668» на «ГОСТ 31904»;

седьмой абзац заменить слова: «при температуре от 180 °С до 185 °С в течение 15 мин» на «при температуре 180 °С в течение 60 мин».

Пункт 5.2. Наименование пункта изложить в новой редакции:

«**5.2 Определение внешнего вида, цвета, запаха и растворимости в воде**».

Подпункт 5.2.2. Четвертый абзац исключить.

Подпункт 5.3.3. Исключить слова: «При измерениях с помощью автоматического рефрактометра массовая доля сухих веществ не требует пересчета.».

Подпункт 5.4.1. Шестой абзац; подпункт 5.5.2.1. Второй абзац; подпункт 5.5.3.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, среднего класса точности (условное обозначение III), с наибольшим пределом взвешивания до 1 кг и пределом допускаемой погрешности взвешивания ±0,001 г.».

Подпункт 5.4.3. Пятый абзац. После слов «удаляют каплей этилового эфира» дополнить словами: «либо каплей технического ректификованного этилового спирта».

Подпункт 5.4.4. После экспликации дополнить абзацем:

«В случае разбавления мелассы в соотношении 1 : 1 значение массовой доли сахарозы умножают на 2.».

Раздел 5 дополнить пунктами 5.12–5.14:

«**5.12** Качество упаковки и маркировки контролируют визуально.

5.13 Массу нетто свекловичной мелассы в каждой цистерне определяют как разность результатов взвешиваний массы брутто цистерны и массы цистерны после слива мелассы с помощью весов для статического взвешивания по ГОСТ 29329.

5.14 Допускается осуществлять отбор проб, проведение контроля установленных показателей по другим документам, внесенным в [7а], при условии соответствия их области распространения настоящему стандарту.».

Пункт 6.1 изложить в новой редакции:

«**6.1** Свекловичную мелассу транспортируют в железнодорожных цистернах по СТБ ГОСТ Р 51659 или в автоцистернах по ГОСТ 9218 в соответствии с нормами и правилами перевозки грузов, действующими на соответствующем виде транспорта, или в других типах транспортной упаковки по ТНПА, разрешенных Минздравом, с учетом требований ТР ТС 021.».

Пункт 6.3 исключить.

Пункт 6.4 изложить в новой редакции:

«**6.4** Срок годности и условия хранения свекловичной мелассы устанавливает изготовитель. Рекомендуемые срок годности и условия хранения свекловичной мелассы – по приложению А.».

Стандарт дополнить приложением А:

«Приложение А (справочное)

Рекомендуемые срок годности и условия хранения свекловичной мелассы

Свекловичную мелассу хранят в хорошо очищенных закрытых металлических резервуарах в соответствии с [8].

Рекомендуемый срок годности свекловичной мелассы – 9 мес с даты отгрузки.».

Библиография. Ссылки [2], [3] изложить в новой редакции:

«[2] Ветеринарно-санитарные правила обеспечения безопасности кормов, кормовых добавок и сырья для производства комбикормов
Утверждены постановлением Министерства сельского хозяйства и продовольствия от 10 февраля 2011 г. № 10 (в ред. постановления Минсельхозпрода от 20.05.2011 № 33)

[3] Гигиенический норматив «Показатели безопасности и безвредности для человека продовольственного сырья и пищевых продуктов»
Утвержден постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь от 21 июня 2013 г. № 52»;

дополнить ссылками: [3а], [3б] (после [3]), [7а] (после [7]):

«[3а] Санитарные нормы и правила «Требования к продовольственному сырью и пищевым продуктам»
Утверждены постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь от 21 июня 2013 г. № 52

[3б] ГН 10-117-99 Республиканские допустимые уровни содержания радионуклидов цезия-137 и стронция-90 в пищевых продуктах и питьевой воде (РДУ-99)
Утверждены постановлением главного государственного санитарного врача Республики Беларусь от 26 апреля 1999 г. № 16

[7а] Перечень стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований ТР ТС 021 и осуществления оценки (подтверждения) соответствия пищевой продукции».

(ИУ ТНПА № 8-2017)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ 2084-2010

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ

Технические условия

МЕЛЕС ЦУКРОВАБУРАЧНЫ

Тэхнічныя ўмовы

Издание официальное

БЗ 6-2010



Госстандарт

Минск

УДК 664.151.2(083.74)(476) МКС 67.180.10 КП 03

Ключевые слова: меласса свекловичная, органолептические, физико-химические, микробиологические показатели, токсичные элементы, транспортирование, хранение

ОКП РБ 15.83.14.510

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 РАЗРАБОТАН республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию»

2 ВНЕСЕН Белорусским государственным концерном пищевой промышленности («Белгоспищепром»)

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 30 июня 2010 г. № 36

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2010

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 2
4 Правила приемки 4
5 Методы контроля 5
6 Транспортирование и хранение 19
7 Гарантии изготовителя 19
8 Библиография 20

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ
Технические условия

МЕЛЕС ЦУКРОВАБУРАЧНЫ
Тэхнічныя ўмовы

Sugar beet molasses. Specifications

Дата введения 2011-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мелассу свекловичную, представляющую собой побочную продукцию свеклосахарного производства, предназначенную для производства этилового спирта, лимонной кислоты, хлебопекарных и кормовых дрожжей и для использования в качестве корма сельскохозяйственным животным.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТБ 1036-97 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Методы отбора проб для определения показателей безопасности

СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования

СТБ 1313-2002 Продукты пищевые и сырье продовольственное. Методика определения содержания токсичных элементов цинка, кадмия, свинца и меди методом инверсионной вольтамперометрии на анализаторах типа ТА

СТБ 1893-2008 Свекла сахарная. Технические условия

СТБ ГОСТ Р 51659-2001 Вагоны-цистерны магистральных железных дорог колеи 1 520 мм. Общие технические условия

ГОСТ 8.423-81 Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 84-76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 246-76 Гидросульфит натрия технический. Технические условия

ГОСТ 1027-67 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3771-74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4159-79 Реактивы. Йод. Технические условия

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

ГОСТ 4172-76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4236-77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 5845-79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 9218-86 Цистерны для пищевых жидкостей, устанавливаемые на автотранспортные средства. Общие технические условия

ГОСТ 10163-76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

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

ГОСТ 10444.15-94 Продукты пищевые. Методы определения количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

ГОСТ 10733-98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.19-93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания нитратов и нитритов

ГОСТ 14192-96 Маркировка грузов

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

ГОСТ 19729-74 Тальк молотый для производства резиновых изделий и пластических масс. Технические условия

ГОСТ 22300-76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 23350-98 Часы наручные и карманные электронные. Общие технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 26668-85 Продукты пищевые и вкусовые. Методы отбора проб для микробиологических анализов

ГОСТ 26669-85 Продукты пищевые и вкусовые. Подготовка проб для микробиологических анализов

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 26968-86 Сахар. Методы микробиологического анализа

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

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 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ 29270-95 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов

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

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

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие технических нормативных правовых актов в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА) по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Характеристика

3.1.1 Свекловичная меласса должна соответствовать требованиям настоящего стандарта.

3.1.2 Свекловичная меласса является побочным продуктом при переработке сахарной свеклы по [1] с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных в установленном порядке.

3.1.3 По органолептическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 – Органолептические показатели

Наименование показателя	Значение показателя
Внешний вид	Густая вязкая непрозрачная жидкость
Цвет	От коричневого до темно-бурого
Запах	Свойственный свекловичной мелассе без постороннего запаха
Вкус	Сладкий с горьковатым привкусом
Растворимость в воде	Полная

3.1.4 По физико-химическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Физико-химические показатели

Наименование показателя	Значение показателя
Массовая доля сухих веществ, %, не менее	75,0
Массовая доля сахарозы, %, не менее	43,0
Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров, %, не менее	44,0
Величина pH	От 6,5 до 8,5
Примечание – Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров регламентируется для свекловичной мелассы, используемой для производства этилового спирта.	

3.1.5 По микробиологическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Микробиологические показатели

Наименование показателя	Значение показателя
Общее количество мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов, КОЕ/г, не более	1×10^5
Плесневые грибы, КОЕ/г, не более	$1{,}5 \times 10^4$

3.1.6 Содержание токсичных элементов и пестицидов в свекловичной мелассе, предназначенной для изготовления из нее пищевых продуктов, не должно превышать допустимые уровни, указанные в таблице 4.

Таблица 4 – Допустимый уровень содержания токсичных элементов и пестицидов

Наименование показателя	Допустимый уровень
Содержание токсичных элементов, мг/кг, не более:	
– ртути	0,02
– мышьяка	1,0
– свинца	1,0
– кадмия	0,05
Содержание пестицидов, мг/кг, не более:	
– гексахлорана ГХЦГ гамма-изомера	0,005
– ДДТ	0,005

3.1.7 Свекловичная меласса, используемая в качестве корма сельскохозяйственным животным, по содержанию нитратов и нитритов должна соответствовать требованиям, установленным [2].

3.1.8 Содержание радионуклидов в свекловичной мелассе, предназначенной для изготовления из нее пищевых продуктов, не должно превышать действующие республиканские допустимые уровни, утвержденные Министерством здравоохранения Республики Беларусь (далее – Минздрав).

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Свекловичная меласса образуется при переработке на сахар свеклы сахарной по СТБ 1893.

3.2.2 Сырье, используемое для образования свекловичной мелассы, должно соответствовать требованиям ТНПА, [3] и (или) быть разрешенным к применению Минздравом.

3.2.3 Содержание радионуклидов в сырье не должно превышать республиканские допустимые уровни, утвержденные в установленном порядке.

3.3 Упаковка

3.3.1 Свекловичную мелассу разливают в цистерны железнодорожные – по СТБ ГОСТ Р 51659, автоцистерны для пищевых жидкостей – по ГОСТ 9218. Допускается использовать другие виды емкостей, разрешенные в установленном порядке для контакта с пищевыми продуктами, обеспечивающие сохранность и качество свекловичной мелассы при транспортировании и хранении.

3.3.2 Цистерны для свекловичной мелассы должны быть чистыми, без постороннего запаха, плотно закрываться крышками и иметь нижние сливные устройства.

3.3.3 После налива горловина и нижние сливные устройства цистерны должны быть опломбированы.

3.4 Маркировка

3.4.1 Маркировка – по ГОСТ 14192.

3.4.2 На каждую цистерну масляной краской должен быть нанесен трафарет с указанием ее вместимости и массы.

3.4.3 Каждую цистерну сопровождают товарно-транспортной накладной, которая должна содержать следующую информацию:

– наименование и местонахождение (юридический адрес, включая страну) изготовителя;
– наименование и местонахождение получателя;
– наименование продукции;
– номер цистерны;
– номер партии;
– дату отгрузки;
– массу нетто, кг;
– массу брутто, кг;
– обозначение настоящего стандарта;
– срок и условия хранения.

4 Правила приемки

4.1 Свекловичную мелассу принимают партиями.

Партией считают количество однородной по органолептическим и физико-химическим показателям свекловичной мелассы в одной или нескольких отгруженных в один адрес цистернах массой не более 300 т.

4.2 Каждая партия свекловичной мелассы (при отгрузке железнодорожным транспортом – каждая цистерна, входящая в партию) должна быть оформлена удостоверением качества и безопасности.

4.3 Удостоверение качества и безопасности должно содержать:

– номер удостоверения качества и безопасности и дату выдачи;
– наименование и местонахождение (юридический адрес, включая страну) изготовителя;
– наименование продукции;
– номер партии;
– количество и номера цистерн в партии;
– срок и условия хранения;
– дату отгрузки продукции;
– массу нетто партии;
– результаты испытаний по физико-химическим показателям, предусмотренным 3.1.4;
– подтверждение о прохождении радиационного контроля;
– подтверждение о соответствии продукции требованиям настоящего стандарта;
– дату проведения испытаний;
– обозначение настоящего стандарта.

Удостоверение качества и безопасности должно быть заверено подписью ответственного лица.

4.4 Для проверки соответствия качества и безопасности свекловичной мелассы требованиям настоящего стандарта проводят выборку от партии (объединенную пробу).

4.5 Контроль качества свекловичной мелассы по органолептическим и физико-химическим показателям осуществляют путем испытаний объединенной пробы, составленной для каждой партии продукции.

Если партия свекловичной мелассы состоит из нескольких цистерн, проводят осмотр содержимого каждой цистерны. При обнаружении посторонних цвета или запаха качество свекловичной мелассы в этой цистерне проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяют только на свекловичную мелассу в этой цистерне.

4.6 При возникновении разногласий между изготовителем и получателем в оценке качества свекловичной мелассы используют пробу, хранящуюся на случай разногласий.

4.7 Заключение о пригодности свекловичной мелассы для производства лимонной кислоты и хлебопекарных дрожжей устанавливает изготовитель лимонной кислоты и хлебопекарных дрожжей на основании биотехнологического тестирования, выполняемого в лабораторных условиях изготовителем лимонной кислоты, хлебопекарных дрожжей, а также организациями, уполномоченными изготовителями лимонной кислоты или хлебопекарных дрожжей на проведение биотехнологического тестирования.

4.8 Микробиологические показатели контролируют в соответствии с порядком, установленным изготовителем продукции по согласованию с органами государственного санитарного надзора и гарантирующим безопасность продукции, но не реже одного раза в месяц.

4.9 Контроль содержания токсичных элементов и пестицидов осуществляют в соответствии с порядком, установленным изготовителем продукции по согласованию с органами государственного санитарного надзора и гарантирующим безопасность продукции, но не реже одного раза в квартал.

4.10 Контроль содержания нитратов и нитритов осуществляют в соответствии с порядком, утвержденным органами ветеринарного надзора, но не реже одного раза в квартал.

4.11 Контроль содержания радионуклидов осуществляют в соответствии со схемой радиационного контроля, согласованной и утвержденной в установленном порядке.

5 Методы контроля

5.1 Отбор проб

5.1.1 При наливе цистерны из крана, установленного на нагнетательной коммуникации, и из поддона (при сливе) периодически, но не менее трех раз за период налива (слива), равными порциями отбирают точечные пробы свекловичной мелассы. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

В зимнее время в случае необходимости подогрева свекловичной мелассы с целью ускорения ее слива из цистерны пробы отбирают пробоотборником непосредственно из цистерны до подогрева.

5.1.2 Отобранные точечные пробы сливают в одну емкость, тщательно перемешивают, не допуская образования пены, а из полученной пробы составляют объединенную пробу массой не менее 1,5 кг.

При одновременном наливе или сливе нескольких цистерн допускается из объединенной пробы всех цистерн составлять одну объединенную пробу. Пробу направляют в лабораторию для испытаний по 3.1.3, 3.1.4.

5.1.3 Объединенную пробу перемешивают и делят на две равные пробы: одну испытывают по 3.1.3, 3.1.4, другую хранят в лаборатории на случай возникновения разногласий в оценке качества свекловичной мелассы между изготовителем и получателем.

5.1.4 Пробы, предназначенные для хранения по 5.1.3, помещают в чистую сухую тару, обеспечивающую герметичность упаковки.

Пробы должны быть плотно укупорены пробками и опломбированы. Пробы хранят в защищенном от света месте при температуре не выше 25 °С в течение двух месяцев, а при возникновении разногласий – до их устранения. По истечении срока хранения пробы мелассы используются по назначению.

5.1.5 Пробы маркируют этикетками с указанием:

– наименования продукции;
– наименования изготовителя;
– наименования получателя;
– номера партии;
– массы партии;
– номера цистерны;
– даты и места отбора проб;
– подписей лиц, отобравших пробу.

5.1.6 Отбор и подготовка проб для определения показателей безопасности производятся в соответствии с СТБ 1036, СТБ 1053, ГОСТ 26929, отбор проб и подготовка проб для микробиологического анализа свекловичной мелассы – в соответствии с ГОСТ 26668, ГОСТ 26669 и ГОСТ 26968.

Для контроля микробиологических показателей пробы свекловичной мелассы отбирают из резервуара, оснащенного кранами. Пробы отбирают не менее чем из трех слоев продукции (верхнего, среднего и нижнего) в одну посуду.

Пробы отбирают асептическим способом, исключающим микробное заражение из окружающей среды.

Кран сначала промывают, вытирают ватой, пропитанной этиловым спиртом, и обжигают в пламени. Затем выпускают до 500 $см^3$ свекловичной мелассы (в зависимости от вместимости резервуара и диаметра крана) и только после этого отбирают пробы в стерильную посуду, заполняя $^3/_4$ ее объема. Горловину посуды предварительно обжигают в пламени горелки.

Посуду стерилизуют одним из следующих способов:

– насыщенным паром в стерилизаторе при температуре (121 ± 2) °С в течение 30 мин;

– горячим воздухом в стерилизаторе: с принудительной циркуляцией воздуха при температуре от 170 °С до 175 °С в течение 60 мин, без принудительной циркуляции воздуха при температуре от 180 °С до 185 °С в течение 15 мин, при температуре от 165 °С до 170 °С в течение 120 мин.

Широкогорлую посуду с пробой закрывают ватной пробкой, сверху пробки накладывают чистую бумагу и плотно прижимают ее к горловине посуды; банки закрывают крышками, предварительно обработанными этиловым спиртом, маркируют этикетками с указанием номера резервуара и крана, даты отбора проб и доставляют на анализ. Отобранные пробы, предназначенные для анализа вне изготовителя, пломбируют и опечатывают печатью организации, отвечающей за контролируемую продукцию, и транспортируют в испытательную лабораторию, аккредитованную для проведения испытаний по 3.1.5. Пробы снабжают актом отбора проб, в котором указывают:

– наименование продукции;

– наименование изготовителя;

– даты отбора проб;

– цель микробиологического анализа;

– подписи лиц, отобравших пробу.

Время перевозки – не более 12 ч с момента отбора проб.

5.1.7 Пробы для определения содержания токсичных элементов и пестицидов составляют из проб свекловичной мелассы, отбираемых из резервуара каждые сутки в количестве 1 кг в течение 10 дн.

Отобранные пробы тщательно перемешивают и составляют объединенную пробу массой не менее 4,0 кг.

Объединенную пробу делят на три части, одну из которых оставляют в лаборатории изготовителя, а две другие направляют для исследований в испытательную лабораторию, аккредитованную на проведение определений содержания токсичных элементов и пестицидов.

Результаты испытания по содержанию токсичных элементов и пестицидов распространяются на объем свекловичной мелассы, выработанной за период, оговоренный 4.9.

5.2 Определение внешнего вида, цвета, запаха, вкуса и растворимости в воде

5.2.1 Аппаратура и материалы

Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, среднего класса точности (условное обозначение III), с наибольшим пределом взвешивания до 1 кг и пределом допускаемой погрешности взвешивания ±0,001 г.

Стакан В-2-250 ТХС – по ГОСТ 25336.

Склянка с притертой пробкой вместимостью 250 $см^3$.

Палочка стеклянная.

Цилиндр 1 (3)-100-2 – по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Часы механические – по ГОСТ 10733 или электронные – по ГОСТ 23350.

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

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

5.2.2 Проведение испытаний

Внешний вид и цвет свекловичной мелассы определяют визуально.

Для определения запаха свекловичную мелассу, отобранную по 4.5, наливают в склянку с притертой пробкой вместимостью 250 $см^3$ на $^3/_4$ ее объема. Склянку с содержимым закрывают пробкой и выдерживают в помещении в течение 1 ч. Запах определяют на уровне края склянки тотчас после ее открывания.

Для определения вкуса взвешивают 25 г свекловичной мелассы, растворяют в 100 $см^3$ горячей дистиллированной воды. Полученный раствор охлаждают до температуры (20 ± 1) °С и определяют вкус.

Для определения растворимости в воде взвешивают 100 г свекловичной мелассы и смешивают с 100 $см^3$ дистиллированной воды.

5.3 Определение массовой доли сухих веществ

Метод основан на измерении показателя преломления свекловичной мелассы при помощи рефрактометра.

5.3.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, среднего класса точности (условное обозначение III), с наибольшим пределом взвешивания до 1 кг и пределом допускаемой погрешности взвешивания ±0,001 г.

Сосуды для разбавления сахарных продуктов методом 1 : 1 – по [4].

Гирька для уравновешивания сосудов для разбавления – по [4].

Цилиндр 1 (3)-100-2 – по ГОСТ 1770.

Рефрактометр с пределом измерения сухих веществ (по сахарозе) от 0 % до 84 %, ценой деления 0,2 %, пределом допускаемой погрешности ±0,2 % или рефрактометр с пределом измерения сухих веществ (по сахарозе) от 0 % до 95 %, ценой деления 0,1 %, пределом допускаемой погрешности ±0,1 % или автоматический рефрактометр с допустимой погрешностью ±0,015 %.

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

Баня водяная.

Стакан химический стеклянный Н(В)-1(250) ТС – по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Палочка стеклянная.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

5.3.2 Проведение испытания

Массовую долю сухих веществ определяют в свекловичной мелассе в растворах мелассы, разбавленных дистиллированной водой в соотношении 1 : 1.

На чашки весов помещают внутренний и наружный сосуды для разбавления сахарных продуктов методом 1 : 1, если их масса разная, уравновешивание сосудов на весах достигается специальной гирькой (сосуды и гирьки должны быть пронумерованы).

Затем во внутренний сосуд помещают около 50 г свекловичной мелассы и в наружный сосуд добавляют дистиллированную воду до тех пор, пока не будет достигнуто равновесие. После этого снимают сосуды с чашек весов и уравновешивающую гирьку опускают в наружный сосуд для перемешивания. Затем внутренний сосуд осторожно опускают в наружный, герметически завинчивают крышку и сосуд в собранном виде помещают в водяную баню, нагретую до температуры от (80 ± 1) °С. Сосуд периодически встряхивают до полного растворения содержимого и равномерного перемешивания.

Затем сосуд с раствором свекловичной мелассы охлаждают до температуры 20 °С и определяют рефрактометром массовую долю сухих веществ. Для этого на чистую сухую поверхность измерительной призмы наносят несколько капель исследуемого раствора мелассы, распределяют ее стеклянной палочкой тонким слоем по всей поверхности призмы и плавно опускают верхнюю камеру. Зеркалом направляют свет в одно из окон рефрактометра при закрытом другом окне. Перемещением окуляра вводят в поле зрения прибора границу светотени и устанавливают ее на резкость. Затем перемещают окуляр до совмещения визирной линии с границей светотени. Положение ее на шкале фиксирует результат определения.

Отсчет ведут по шкале, градуированной в единицах массовой доли сахарозы.

Если при снятии показаний рефрактометра температура раствора имеет отклонение от 20 °С, то в полученное значение вводится поправка на температуру.

Допускается разбавление свекловичной мелассы в соотношении 1 : 1 производить в стеклянных стаканах. Для этого на весах тарируют стакан со стеклянной палочкой и взвешивают в нем 50 г свек-

ловичной мелассы, растворяют ее в 30 – 50 $см^3$ горячей дистиллированной воды и тщательно перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой до растворения мелассы.

Смесь охлаждают до температуры 20 °С и доводят дистиллированной водой температурой 20 °С до двойной массы свекловичной мелассы – 100 г.

Тщательно перемешивают и в полученном растворе, аналогично вышеизложенному, определяют массовую долю сухих веществ.

5.3.3 Обработка результатов

Массовую долю сухих веществ P в процентах определяют по формуле

$$P = 2P_1, \quad (1)$$

где 2 – коэффициент, учитывающий разбавление свекловичной мелассы в соотношении 1 : 1;

P_1 – показание шкалы рефрактометра.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

При измерениях с помощью автоматического рефрактометра массовая доля сухих веществ не требует пересчета.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Предел повторяемости r – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,2 %.

Предел воспроизводимости R – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,3 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли сухих веществ ±0,3 % при доверительной вероятности 95 %.

5.4 Определение массовой доли сахарозы

Метод основан на определении массовой доли сахарозы в свекловичной мелассе путем измерения угла вращения плоскости поляризации при помощи сахариметра.

5.4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Сахариметр с кварцевым компенсационным клином или с вращающимся компенсатором, с международной сахарной шкалой, оснащенной монохроматическим источником света, с пределом измерения от минус 40 °Z до плюс 120 °Z (сахарных градусов) или автоматический поляриметр с пределом измерения от минус 50 °Z до плюс 120 °Z (сахарных градусов).

Кюветы поляриметрические длиной (200,00 ± 0,02) мм и (100,00 ± 0,02) мм с покровными стеклами из прозрачного оптического стекла толщиной 1 – 2 мм с параллельными и гладкими поверхностями.

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

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения ±0,1 °С.

Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, высокого класса точности (условное обозначение II), с наибольшим пределом взвешивания до 200 г и пределом допускаемой погрешности взвешивания ±0,000 1 г и весы лабораторные – по ГОСТ 24104, среднего класса точности (условное обозначение III), с наибольшим пределом взвешивания до 1 кг и пределом допускаемой погрешности взвешивания ±0,001 г.

Чашка нейзильберовая вместимостью 150 $см^3$ – по [4].

Колба мерная 1(2)-100-1(2), 1(2)-250-1(2), 1(2)-1000-1(2) – по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1-10-2, 1(3)-100-2, 1-2000-2 – по ГОСТ 1770.

Воронка В-100-150 ТС – по ГОСТ 25336.

Секундомер – по ГОСТ 8.423 или часы механические – по ГОСТ 10733.

Стакан В(Н)-1(2)-250 ТС – по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Бумага фильтровальная – по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись х. ч. – по ГОСТ 4328.

Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный – по ГОСТ 4453.

Натрия гидросульфат – по ГОСТ 246.

Кислота уксусная ледяная х. ч. – по ГОСТ 61.

Аммоний фосфорнокислый однозамещенный х. ч. – по ГОСТ 3771.
Свинец уксуснокислый ч. – по ГОСТ 1027.
Окись свинца ч. – по ТНПА.
Свинец азотнокислый х. ч. – по ГОСТ 4236.
Эфир этиловый х. ч. – по ГОСТ 22300.
Фенолфталеин (индикатор).
Ступка с пестиком – по ГОСТ 9147.
Баня водяная.
Палочка стеклянная.
Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов, качество которых не ниже указанных.

5.4.2 Подготовка к испытанию

5.4.2.1 Приготовление реактива Герлеса

Реактив Герлеса состоит из двух растворов: Герлеса I и Герлеса II.

Раствор Герлеса I готовят следующим образом: 340 г азотнокислого свинца $Pb(N0_3)_2$ растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор Герлеса II готовят следующим образом: 32 г гидроокиси натрия (NaOH) растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки.

5.4.2.2 Приготовление свинцового уксуса

600 г уксуснокислого свинца $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ растирают в фарфоровой ступке с 200 г оксида свинца PbO в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Фарфоровую ступку со смесью помещают на кипящую водяную баню и нагревают при перемешивании до тех пор, пока первоначально желтая масса не приобретет белый или розовато-белый цвет. Затем при перемешивании добавляют частями 1 900 $см^3$ горячей дистиллированной воды и переводят смесь в стеклянную бутыль вместимостью 10 – 20 $дм^3$. Операцию повторяют несколько раз в зависимости от вместимости сосуда. После заполнения бутыль оставляют в теплом месте на 5 дн для осветления, изредка перемешивая содержимое деревянной палочкой.

Спустя 5 дн визуально определяют полноту осаждения осадка, раствор фильтруют. Отфильтрованный раствор хранят в плотно закупоренных бутылках.

Свинцовый уксус должен иметь сильнощелочную реакцию на лакмус (синее окрашивание) и слабощелочную на фенолфталеин (слабое розовое окрашивание), что соответствует pH 8,0 – 8,5.

5.4.2.3 Приготовление раствора уксусной кислоты молярной концентрации 5 моль/$дм^3$

300 г ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

5.4.3 Проведение испытания

Взвешивают в нейзильберовой чашке 65 г свекловичной мелассы с погрешностью ±0,01 г, растворяют небольшими порциями теплой дистиллированной воды и с помощью воронки переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, охлаждают и осветляют растворами реактива Герлеса в количестве 30 – 50 $см^3$, добавляя по 5 – 10 $см^3$ каждого частями в 4 – 6 приемов.

Процесс осветления осуществляют следующим образом: в колбу с раствором мелассы добавляют раствор Герлеса I и через 15 – 20 с такое же количество раствора Герлеса II. Смесь перемешивают легким вращением колбы в течение 1,5 – 2,0 мин, затем опять в указанном порядке добавляют осветлители. Затем добавляют дистиллированную воду в таком объеме, чтобы уровень раствора не достигал 2 $см^3$ до метки.

При осветлении свинцовым уксусом его добавляют по 6 – 9 $см^3$ на каждые 13 г свекловичной мелассы. При сильнощелочных мелассах (pH выше 8,2) следует предварительно нейтрализовать раствор мелассы раствором уксусной кислоты молярной концентрации 5 моль/$дм^3$ в присутствии индикатора фенолфталеина. Раствор кислоты добавляют по каплям до исчезновения розового окрашивания.

Колбу с раствором помещают в термостат на 15 мин для достижения температуры (20,0 ± 0,1) °С. Пену, образующуюся на поверхности раствора, удаляют каплей этилового эфира. Раствор доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают. Перед фильтрованием раствор оставляют на 5 мин для осаждения осадка. Раствор фильтруют в чистый сухой стакан, покрывая фильтровальную воронку часовым стеклом во избежание испарения. Первые 10 $см^3$ фильтрата отбрасывают. Объем фильтрата должен быть не менее 150 $см^3$.

При получении темных фильтратов применяют дополнительное обесцвечивание гидросульфитом.

Предварительно удаляют избыток свинца. Для этого на каждые 100 $см^3$ фильтрата добавляют 0,9 г сухого измельченного порошка однозамещенного фосфорнокислого аммония ($NH_4H_2PO_4$), для полного растворения жидкость взбалтывают, а затем 0,2 г гидросульфита ($Na_2S_2O_4$).

Перед фильтрованием раствор оставляют на 20 мин, фильтрование проводят согласно предыдущим указаниям.

Осветление очень темных растворов свекловичной мелассы осуществляют следующим образом: 26 г раствора свекловичной мелассы, разбавленной в соотношении 1 : 1, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют дистиллированную воду до 0,75 объема, осветляют свинцовым уксусом в количестве 6 – 9 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Содержимое мерной колбы выливают в сухой чистый стакан, добавляют 2 г активированного угля, перемешивают стеклянной палочкой в течение 30 с и фильтруют через двойной бумажный фильтр. К полученному фильтрату добавляют еще 1 – 2 г активированного угля, перемешивают стеклянной палочкой и фильтруют через двойной бумажный фильтр.

Отфильтрованный раствор заливают в поляриметрическую трубку с кожухом для водяного охлаждения так, чтобы не образовывались пузырьки воздуха, помещают в камеру сахариметра и подключают к термостату, в котором поддерживается температура (20,0 ± 0,1) °С. Проводят три измерения с погрешностью, равной точности прибора, и вычисляют среднеарифметическое значение.

Перед началом измерений необходимо проверить настройку сахариметра с помощью контрольной кварцевой трубки и поляриметрической трубки с дистиллированной водой. Проверку проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации сахариметра.

5.4.4 Обработка результатов

Массовую долю сахарозы $П$ в процентах к массе свекловичной мелассы вычисляют по формуле

$$П = П_{200}, \quad (2)$$

где $П_{200}$ – среднеарифметическое отсчетов по шкале сахариметра при использовании поляриметрической трубки длиной 200 мм.

При использовании поляриметрической трубки длиной 100 мм среднеарифметическое отсчетов по шкале сахариметра умножают на 2.

При использовании для осветления очень темных растворов свекловичной мелассы активированного угля среднеарифметическое отчетов по шкале сахариметра при использовании поляриметрической трубки длиной 200 мм умножают на два.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

При измерениях с помощью автоматического поляриметра массовая доля сахарозы не требует пересчета.

Предел повторяемости r – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,6 %.

Предел воспроизводимости R – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 1,2 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли сахарозы ±0,9 % при доверительной вероятности 95 %.

5.5 Определение массовой доли суммы сбраживаемых сахаров

Общее количество сбраживаемых сахаров в свекловичной мелассе вычисляют по данным прямой поляризации (массовой доли сахарозы) и инверсионной поляризации и результатам определения редуцирующих веществ.

5.5.1 Определение инверсионной поляризации

Метод основан на гидролизе сахарозы мелассы под влиянием разбавленных водных растворов кислот, сопровождающемся изменением направления вращения плоскости поляризации.

5.5.1.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Сахариметр с кварцевым компенсационным клином или с вращающимся компенсатором, с международной сахарной шкалой, оснащенной монохроматическим источником света, с пределом измерения от минус 40 °Z до плюс 120 °Z (сахарных градусов) или автоматический поляриметр с допустимой основной погрешностью ±0,5 °Z.

Кюветы поляриметрические длиной (200,00 ± 0,02) мм и (100,00 ± 0,02) мм с покровными стеклами из прозрачного оптического стекла толщиной 1 – 2 мм с параллельными и гладкими поверхностями.

Термометр жидкостный стеклянный – по ГОСТ 28498, с ценой деления шкалы 0,5 °С и диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С.

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения ±0,1 °С.

Пипетка – по ГОСТ 29227.

Колба мерная 1-100 – по ГОСТ 1770.

Цилиндр I (3)-50-2, I (3)-100-2, I (3)-500-2 – по ГОСТ 1770.

Воронка В-100-150 – по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1(2)-150 – по ГОСТ 25336.

Секундомер – по ГОСТ 8.423 или часы механические – по ГОСТ 10733.

Бумага фильтровальная лабораторная – по ГОСТ 12026.

Баня водяная.

Стекло часовое.

Палочка стеклянная.

Вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Кислота соляная х. ч. – по ГОСТ 3118.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, качество которых не ниже указанных.

5.5.1.2 Подготовка к испытанию

Приготовление раствора соляной кислоты

100 см^3 соляной кислоты (ρ = 1,19 г/см^3), отмеренной цилиндром, растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

5.5.1.3 Проведение испытания

Пипеткой отбирают 50 см^3 фильтрата (соответствующие 13,0 г свекловичной мелассы), полученного при определении массовой доли сахарозы по 5.4.3, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 30 см^3 водного раствора соляной кислоты в соотношении 1 : 5 и перемешивают содержимое вращательным движением колбы. В раствор опускают термометр и помещают колбу в водяную баню, предварительно нагретую до температуры 75 °С.

Температуру воды в водяной бане поддерживают в пределах 70 °С – 72 °С, нагревая жидкость в колбе в течение 2,5 – 3,0 мин до температуры 67 °С – 69 °С и поддерживая эту температуру точно в течение 5 мин.

По истечении этого времени колбу вынимают из водяной бани и быстро (в течение не более 2,5 мин) охлаждают ее под проточной водой до температуры 20 °С.

Процесс инверсии должен быть проведен в течение 10 мин.

После охлаждения раствора вынимают и ополаскивают водой термометр, содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой, хорошо взбалтывают, фильтруют, покрывая воронку часовым стеклом во избежание испарения, и поляризуют в поляриметрической трубке длиной 200 мм точно при температуре 20 °С.

5.5.1.4 Обработка результатов

Результат измерения инверсионной поляризации *И*, равный удвоенному значению показания сахариметра в процентах, записывают с точностью до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Предел повторяемости *r* – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,3 %.

Предел воспроизводимости *R* – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,6 %.

Границы абсолютной погрешности измерений инверсионной поляризации ±0,4 % при доверительной вероятности 95 %.

5.5.2 Определение массовой доли редуцирующих веществ классическим методом Мюллера

5.5.2.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, высокого класса точности (условное обозначение II), с наибольшим пределом взвешивания до 200 г и пределом допускаемой погрешности взвешивания ±0,000 1 г.

Колба мерная I (2)-100-2, I (2)-1000-2 – по ГОСТ 1770.

Секундомер – по ГОСТ 8.423 или часы механические – по ГОСТ 10733.

Стакан В (Н)-1 (2)-150 – по ГОСТ 25336.

Воронка В-100-150 – по ГОСТ 25336.

Пипетка 1(2)-1(2)-1(2)-5, 1(2)-1(2)-1(2)-10, 1(2)-1(2)-1(2)-25 – по ГОСТ 29227.

Пипетка 1(2)-1(2)-50 – по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-3-2-50-0,1 – по ГОСТ 29251.

Колба Кн-2-250-34 ТХС – по ГОСТ 25336.

Цилиндр I-5-2, 1-100-2, I-500-2 – по ГОСТ 1770.

Стекло часовое.

Ступка фарфоровая с пестиком – по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная лабораторная – по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

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

Свинец уксуснокислый ч. – по ГОСТ 1027.

Медь сернокислая 5-водная х. ч. – по ГОСТ 4165.

Калия бихромат х. ч. – по ГОСТ 4220.

Калий-натрий виннокислый х. ч. – по ГОСТ 5845.

Натрий углекислый 10-водный х. ч. – по ГОСТ 84.

Йод х. ч. – по ГОСТ 4159.

Калий йодистый х. ч. – по ГОСТ 4232.

Кислота уксусная ледяная х. ч. – по ГОСТ 61.

Крахмал растворимый – по ГОСТ 10163.

Натрия тиосульфат х. ч. – по ГОСТ 27068.

Натрия гидроокись х. ч. – по ГОСТ 4328.

Фенолфталеин (индикатор).

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, качество которых не ниже указанных.

5.5.2.2 Подготовка к испытанию

Приготовление нейтрального раствора уксуснокислого свинца

300 г уксуснокислого свинца ($Pb(CH_2COO)_2 \cdot 3H_2O$) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$, при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление раствора с массовой долей углекислого натрия 10 %

100 г углекислого натрия (Na_2CO_3) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$ и доводят объем водой до метки.

Приготовление реактива Мюллера

Реактив Мюллера готовят смешиванием растворов А и Б.

Раствор А готовят следующим образом: 35 г 5-водной сернокислой меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) растворяют в 400 $см^3$ горячей воды.

Раствор Б готовят следующим образом: 173 г 4-водного виннокислого калия-натрия ($KNaC_4O_6H_4 \times \times 4H_2O$) и 68 г углекислого натрия (Na_2CO_3) или 183,5 г 10-водного углекислого натрия ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) растворяют в 500 $см^3$ горячей дистиллированной воды.

При смешивании раствор Б (после охлаждения) приливают к раствору А в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

В мерную колбу добавляют 3 г активированного угля, взбалтывают и оставляют на 2 ч. Затем раствор фильтруют через фильтровальную бумагу.

В случае выпадения осадка окиси меди при длительном хранении раствор вновь фильтруют.

Раствор хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой не более 6 мес.

Приготовление раствора уксусной кислоты молярной концентрации 5 моль/$дм^3$

300 г ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора винной кислоты молярной концентрации 5 моль/дм^3

375 г винной кислоты разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,033 3 моль/дм^3

8,4 г тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) растворяют в 100 см^3 свежепрокипяченной дистиллированной воды, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3. Добавляют 2 см^3 гидроокиси натрия (NaOH) молярной концентрации 1 моль/дм^3 для нейтрализации и доводят объем дистиллированной водой до метки. Поправочный коэффициент раствора устанавливают через 10 сут по раствору бихромата калия ($K_2Cr_2O_7$) молярной концентрации 0,033 3 моль/дм^3.

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3 отмеривают 20 см^3 раствора бихромата калия молярной концентрации 0,033 3 моль/дм^3, прибавляют 0,5 г йодистого калия, предварительно растворенного в 5 см^3 дистиллированной воды, и 5 см^3 раствора серной кислоты в соотношении 1 : 4. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия, и оставляют в темном месте в течение 10 мин. Затем прибавляют 50 – 60 см^3 дистиллированной воды, обмывая пробку водой, и титруют раствором тиосульфата натрия до зеленовато-желтого окрашивания. Затем прибавляют 2 см^3 раствора с массовой долей крахмала 0,5 % и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло-зеленую.

Вычисляют поправочный коэффициент K_T по формуле

$$K_T = \frac{20}{V_1}, \quad (3)$$

где V_1 – количество раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование 20 см^3 раствора бихромата калия молярной концентрации 0,033 3 моль/дм^3, см^3.

На этот коэффициент умножают количество тиосульфата натрия, пошедшего на титрование при определении массовой доли редуцирующих веществ.

Приготовление раствора йода молярной концентрации 0,033 3 моль/дм

4,3 г химически чистого йода растворяют в растворе, содержащем 10 г йодистого калия, в мерной колбе вместимостью 1 000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки. Поправочный коэффициент раствора йода устанавливают по раствору тиосульфата натрия.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отмеривают 20 см^3 раствора йода и титруют раствором тиосульфата натрия от первоначального бурого цвета до соломенно-желтого. Затем прибавляют 5 см^3 раствора с массовой долей крахмала 0,5 % и дотитровывают до обесцвечивания. Поправочный коэффициент $K_И$ раствора йода вычисляют по формуле

$$K_И = \frac{V_2 \cdot K_T}{20}, \quad (4)$$

где V_2 – количество тиосульфата натрия, израсходованное на титрование 20 см^3 раствора йода, см^3;

K_T – поправочный коэффициент для раствора тиосульфата натрия.

Приготовление раствора с массовой долей крахмала 1 %

1 г крахмала растирают в фарфоровой ступке с 25 см^3 дистиллированной воды и полученное крахмальное молоко вливают в 75 см^3 кипящей дистиллированной воды.

Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3

40 г гидроокиси натрия (NaOH) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора бихромата калия молярной концентрации 0,033 3 моль/дм^3

1,634 5 г высушенного при температуре 150 °С бихромата калия ($K_2Cr_2O_7$) переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3, растворяют и раствор доводят дистиллированной водой до метки.

Для приготовления растворов йода, тиосульфата натрия, гидроокиси натрия, бихромата калия допускается применение соответствующих фиксаналов.

5.5.2.3 Проведение испытания

Взвешивают 10 г свекловичной мелассы с погрешностью ±0,01 г, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, осветляют нейтральным раствором уксуснокислого свинца в количестве 10 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки, взбалтывают и после двух-, трехминутного стояния фильтруют. Пипеткой отбирают 50 см^3 фильтрата, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и раствор с массовой долей 10%-ного углекислого натрия до щелочной реакции (до появления ярко-розового ок-

рашивания раствора), доводят объем до метки дистиллированной водой, взбалтывают и фильтруют в стакан.

Из фильтрата отбирают пипеткой 20 см^3, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, нейтрализуют разбавленной (в соотношении 1 : 1) уксусной кислотой (в присутствии индикатора фенолфталеина). Объем раствора доводят дистиллированной водой до объема 100 см^3, затем прибавляют 10 см^3 реактива Мюллера, помещают колбу с раствором в кипящую водяную баню на 10 мин. Уровень воды в бане должен быть на 2 см выше уровня раствора в конической колбе. Колба должна быть помещена на подставке так, чтобы не касалась дна бани. Баня должна иметь такие размеры, чтобы кипение не прерывалось при помещении в нее колбы. После кипячения колбу быстро охлаждают в потоке холодной воды, не перемешивая содержимого колбы.

После кипячения раствор должен иметь голубовато-зеленоватую окраску. В случае оранжевой окраски раствора опыт повторяют с меньшим количеством фильтрата (10,5 см^3).

К охлажденному раствору прибавляют 5 см^3 раствора уксусной или винной кислоты молярной концентрации 5 моль/дм^3 и сразу же в избытке раствор йода молярной концентрации 0,033 3 моль/дм^3 в количестве от 20 до 40 см^3. Оба раствора добавляют без взбалтывания во избежание окисления окиси меди кислородом воздуха. После этого колбу накрывают часовым стеклом или пробкой, содержимое колбы время от времени перемешивают вращательным движением. Через 2 мин добавляют 5 см^3 раствора с массовой долей крахмала 1 % и титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,033 3 моль/дм^3 до исчезновения синей окраски раствора.

Аналогично, но без нагрева титруют 20 см^3 фильтрата, добавив воду и реактивы (опыт без нагревания).

Проводят контрольное определение на редуцирующую способность 10 см^3 реактива Мюллера, используя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемого раствора. Контрольное определение проводят для каждого свежеприготовленного реактива Мюллера.

По разности между количеством добавленного йода и количеством израсходованного тиосульфата натрия определяют количество йода, вступившего в реакцию. Из этого количества вычитают сумму поправок K на:

– восстановление сахарозы (по 0,2 см^3 на каждый грамм присутствующей в сфере реакции сахарозы);

– опыт без нагревания;

– редуцирующую способность реактива Мюллера.

После внесения этих поправок 1 см^3 израсходованного раствора йода молярной концентрации 0,033 3 моль/дм^3 соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

Массовую долю редуцирующих веществ в процентах определяют по формуле

$$И_С = \frac{(V_И \cdot K_И - V_Т \cdot K_Т) - K}{H \cdot 1\,000} \cdot 100, \qquad (5)$$

где $V_И$ – количество раствора йода, израсходованное на определение, см^3;

$K_И$ – поправочный коэффициент раствора йода;

$V_Т$ – количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на определение, см^3;

$K_Т$ – поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

H – масса пробы, г;

100 – коэффициент пересчета, %;

1 000 – коэффициент пересчета, мл/г;

K – сумма поправок на восстановление сахарозы из расчета 0,2 см^3 на 1 г на определение без нагревания и на редуцирующую способность реактива Мюллера.

Сумму поправок вычисляют по формуле

$$K = \frac{0{,}2 \cdot H \cdot X}{100} + (V_И K_И - V_{ТМ} K_Т) + (V_И K_И - V_{ТБН} K_Т), \qquad (6)$$

где 0,2 – количество раствора йода, израсходованное на восстановление 1 г сахарозы, см^3/г;

X – массовая доля сахарозы, %;

$V_{ТМ}$ – количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование при контрольном определении, см^3;

$V_{ТБН}$ – количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование в опыте без нагревания, см^3.

5.5.2.4 Обработка результатов

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Предел повторяемости *r* – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,05 %.

Предел воспроизводимости *R* – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,1 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли редуцирующих веществ ±0,07 % при доверительной вероятности 95 %.

5.5.3 Определение массовой доли редуцирующих веществ методом Оффнера (метод, применяющийся при возникновении разногласий в оценке качества)

Метод Оффнера основан на окислении редуцирующих веществ щелочным раствором соединения меди (при этом сахароза не окисляется) и определении йодометрическим методом количества образовавшейся закиси меди. Количество редуцирующих веществ определяется по количеству йода, вступившего в реакцию.

5.5.3.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, высокого класса точности (условное обозначение II), с наибольшим пределом взвешивания до 200 г и пределом допускаемой погрешности взвешивания ±0,000 1 г.

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

Стакан В (Н)-1(2)-50, В (Н)-1(2)-100, В (Н)-1(2)-1000 – по ГОСТ 25336.

Цилиндр I (3)-5-1(2), I (3)-10-2, I (3)-25-2, I (3)-100-2, I (3)-500-2 – по ГОСТ 1770.

Колба мерная 1-100-2, 1-1000-2 – по ГОСТ 1770.

Воронка В-100-150 – по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2-250-34 ТХС – по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ 19/9, СН-34/12 – по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-3-2-25-0,1 – по ГОСТ 29251.

Пипетка 1(2)-1(2)-1(2)-10, 1(2)-1(2)-1(2)-25 – по ГОСТ 29227.

Секундомер – по ГОСТ 8.423 или часы механические – по ГОСТ 10733.

Горелка газовая или плитка электрическая – по ГОСТ 14919.

Ложечка пластмассовая.

Ступка 2 с пестиком – по ГОСТ 9147.

Сетка асбестовая.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная – по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Медь сернокислая х. ч. – по ГОСТ 4165.

Калий-натрий виннокислый х. ч. – по ГОСТ 5845.

Калий йодистый х. ч. – по ГОСТ 4232.

Калия бихромат х. ч. – по ГОСТ 4220.

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

Натрия гидроокись х. ч. – по ГОСТ 4328.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный х. ч. – по ГОСТ 4172.

Натрия тиосульфат х. ч. – по ГОСТ 27068.

Кислота серная х. ч. – по ГОСТ 4204.

Кислота соляная х. ч. – по ГОСТ 3118.

Йод х. ч. – по ГОСТ 4159.

Крахмал растворимый – по ГОСТ 10163.

Тальк – по ГОСТ 19729 или пемза.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, качество которых не ниже указанных.

5.5.3.2 Подготовка к испытанию

Приготовление реактива Оффнера

В стеклянном стакане вместимостью 100 $см^3$ взвешивают 5 г перекристаллизованной сернокислой меди, растворяют в 50 – 60 $см^3$ дистиллированной воды и переводят в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$.

В стеклянном стакане вместимостью 1 000 $см^3$ смешивают 300 г мелкокристаллического винно-кислого калия-натрия, 10 г безводного углекислого натрия и 50 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, приливают 500 $см^3$ дистиллированной воды, нагретой до температуры 50 °С, и перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой для ускорения растворения смеси. Полученный раствор переводят в мерную колбу с раствором сернокислой меди и при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через двойной бумажный фильтр. Раствор должен быть совершенно прозрачным.

Реактив хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой не более 6 мес.

Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации *c* (HCl) = 1 моль/$дм^3$

82 $см^3$ соляной кислоты (c = 1,19 г/$см^3$) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$ и при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора бихромата калия молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$

Навеску 1,583 9 г перекристаллизованного и высушенного при температуре 130 °С – 150 °С бихромата калия, взвешенного в стеклянном стакане, переводят дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$, при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление раствора с массовой долей крахмала 0,5 %

0,5 г крахмала растирают в фарфоровой ступке с 25 $см^3$ дистиллированной воды. Полученное крахмальное молоко вливают в 75 $см^3$ кипящей дистиллированной воды.

Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации *c* (NaOH) = 1 моль/$дм^3$

40 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$ и при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$

8 г тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) растворяют в 100 $см^3$ свежепрокипяченной дистиллированной воды и переводят в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$, добавляют для нейтрализации 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/$дм^3$, при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки и энергично взбалтывают.

Поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия устанавливают через 10 сут раствором бихромата калия молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$.

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 $см^3$ отмеривают 20 $см^3$ раствора бихромата калия молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$, прибавляют 0,5 г йодистого калия, предварительно растворенного в 5 $см^3$ дистиллированной воды, и 5 $см^3$ раствора серной кислоты 1 : 4. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия, и оставляют в темном месте в течение 10 мин. Затем прибавляют 50 – 60 $см^3$ дистиллированной воды, обмывая пробку водой, и титруют раствором тиосульфата натрия до зеленовато-желтого окрашивания. Затем прибавляют 2 $см^3$ раствора с массовой долей крахмала 0,5 % и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло-зеленую.

Вычисляют поправочный коэффициент K_T по формуле

$$K_T = \frac{20}{V_1}, \qquad (7)$$

где V_1 – количество раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование 20 $см^3$ раствора бихромата калия молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$, $см^3$.

На этот коэффициент умножают количество тиосульфата натрия, пошедшего на титрование при определении массовой доли редуцирующих веществ.

Приготовление раствора йода молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$

4,1 г йода взвешивают в стаканчике для взвешивания с крышкой, пластмассовой ложечкой переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$. В 25 $см^3$ воды растворяют 20 г йодистого калия и переводят в ту же колбу, растворяют йод. При температуре 20 °С доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и энергично взбалтывают.

Раствор йода хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой. Поправочный коэффициент раствора йода устанавливают по раствору тиосульфата натрия молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отмеривают 20 см^3 раствора йода и титруют раствором тиосульфата натрия от первоначального бурого цвета до соломенно-желтого. Затем прибавляют 5 см^3 раствора с массовой долей крахмала 0,5 % и дотитровывают до обесцвечивания. Поправочный коэффициент $K_И$ раствора йода вычисляют по формуле

$$K_И = \frac{V_2 \cdot K_Т}{20}, \quad (8)$$

где V_2 – количество тиосульфата натрия, израсходованное на титрование 20 см^3 раствора йода, см^3;

$K_Т$ – поправочный коэффициент для раствора тиосульфата натрия.

Приготовление исходного раствора

Из осветленного раствора, оставшегося после определения массовой доли сахарозы (содержащего 65 г свекловичной мелассы в 250 см^3 раствора), отбирают пипеткой 10 см^3 (соответствующие 2,6 г свекловичной мелассы), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, при температуре 20 °С доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и перемешивают.

5.5.3.3 Проведение испытания

Отбирают пипеткой 25 см^3 исходного раствора (соответствующие 0,65 г свекловичной мелассы), переводят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 25 см^3 реактива Оффнера и на кончике ножа немного талька в порошке или грубо измельченной пемзы. Колбу ставят на асбестовую сетку с вырезанным в центре отверстием диаметром 6,5 см и нагревают на газовой горелке 4 – 5 мин до начала кипения, затем уменьшают пламя так, чтобы оно едва касалось сетки, и поддерживают умеренное кипение точно 7 мин. Затем содержимое колбы охлаждают в холодной воде до 20 °С, не взбалтывая, во избежание окисления осадка.

После кипячения раствор должен иметь голубоватую или зеленоватую окраску. Наличие желто-оранжевой окраски раствора свидетельствует о недостаточном количестве реактива Оффнера.

В этом случае определение повторяют с раствором, разбавленным в 5, 10 или 20 раз. Для этого отбирают пипеткой 20, 10 или 5 см^3 исходного раствора, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, при температуре 20 °С доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 25 см^3 разбавленного таким образом исходного раствора, содержащего соответственно 0,13, 0,065 или 0,032 5 г свекловичной мелассы, переводят в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и прибавляют 25 см^3 реактива Оффнера.

7,5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3, отмеренного цилиндром, осторожно прибавляют по стенкам колбы в охлажденный раствор, имеющий голубоватую или зеленоватую окраску, чтобы растворить находящийся на стенке осадок, и сразу же после добавления кислоты прибавляют к испытуемому раствору из бюретки 20 см^3 раствора йода молярной концентрации 0,032 3 моль/дм^3.

Колбу закрывают стеклянной или корковой пробкой и оставляют на 2 мин, периодически перемешивая содержимое вращением.

Ровно через 2 мин оттитровывают избыток йода в колбе раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,032 3 моль/дм^3. В конце титрования, когда раствор станет светло-желтым, в него добавляют 2,5 см^3 раствора с массовой долей крахмала 0,5 % и титруют до исчезновения синей окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт (с тем же количеством раствора свекловичной мелассы, реактивов и йода, что и в основном опыте только без кипячения) для установления поправки на окисляемость йодом веществ, находящихся в растворе.

По разности между количеством тиосульфата натрия, пошедшим на титрование в рабочем и контрольном опытах, устанавливают количество связывающегося йода. Массовую долю редуцирующих веществ $И_С$ в процентах вычисляют (из расчета, что 1 см^3 раствора йода молярной концентрации 0,032 3 моль/дм^3 эквивалентен 1 мг редуцирующих веществ) по формуле

$$И_С = \frac{(V_И \cdot K_И - V_Т \cdot K_Т) - K}{H \cdot 1\,000} \cdot 100, \quad (9)$$

где $V_И$ – количество раствора йода, израсходованное на определение, см^3;

$K_И$ – поправочный коэффициент раствора йода;

$V_Т$ – количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см^3;

$K_Т$ – поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

H – масса пробы, г;

100 – коэффициент пересчета, %;

1 000 – коэффициент пересчета, мг/г;

K – поправка на израсходованное количество раствора йода.

Поправку на израсходованное количество раствора йода K вычисляют по формуле

$$K = \frac{0{,}1 \cdot H \cdot X}{100}, \qquad (10)$$

где 0,1 – количество раствора йода, израсходованное на восстановление 1 г сахарозы, $см^3/г$;
X – массовая доля сахарозы, %;
100 – коэффициент пересчета.

5.5.3.4 Обработка результатов

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Предел повторяемости r – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,05 %.

Предел воспроизводимости R – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,1 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли редуцирующих веществ ±0,07 % при доверительной вероятности 95 %.

Пример – На определение редуцирующих веществ к 25 $см^3$ раствора, полученного разбавлением в 10 раз (10 : 100) раствора, подготовленного для определения массовой доли сахарозы (соответствующего 0,65 г свекловичной мелассы), прибавили 20 $см^3$ раствора йода молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$.

На титрование избытка йода затратили 13 $см^3$ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,032 3 моль/$дм^3$. На то же количество йода в контрольном опыте израсходовали 16,8 $см^3$ тиосульфата натрия. Следовательно, количество йода, вступившего в реакцию, – 16,8 – 13,0 = 3,8 $см^3$, т. е. в 0,65 г свекловичной мелассы его содержится 3,8 мг, или в процентах к массе свекловичной мелассы

$$И_С = \frac{(16{,}8 - 13{,}0) \cdot 100}{1\,000 \cdot 0{,}65} = 0{,}58 \ \%. \qquad (11)$$

5.5.4 Обработка результатов

Массовую долю суммы сбраживаемых сахаров $С_{сбр}$ в процентах вычисляют по формуле с учетом результатов определения массовой доли сахаров по прямой и инверсионной поляризации и массовой доли редуцирующих веществ

$$С_{сбр} = 0{,}68\ П + 0{,}96\ И + 0{,}80\ И_С, \qquad (12)$$

где $П$ – массовая доля сахарозы, %;
$И$ – абсолютное значение оптического вращения, полученное методом инверсионной поляриметрии, %;
$И_С$ – массовая доля редуцирующих веществ, %;
0,68; 0,96; 0,80 – коэффициенты сбраживания соответственно сахарозы, инвертного сахара и редуцирующих веществ.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

Предел повторяемости r – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,6 %.

Предел воспроизводимости R – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 1,2 %.

Границы абсолютной погрешности измерений массовой доли суммы сбраживаемых сахаров ±1,0 % при доверительной вероятности 95 %.

5.6 Определение величины pH

Метод основан на определении с помощью pH-метра отрицательного десятичного логарифма концентрации ионов водорода в растворах свекловичной мелассы, разбавленных дистиллированной водой в соотношении 1 : 1.

5.6.1 Аппаратура и материалы

Лабораторный pH-метр – по ТНПА.

Стакан Н (В)-1 (2)-50 ТС – по ГОСТ 25336.

Цилиндр I (3)-50-2 – по ГОСТ 1770.

5.6.2 Проведение испытания

В сосуд pH-метра наливают раствор свекловичной мелассы, разбавленный дистиллированной водой в соотношении 1 : 1 по способу, изложенному в 5.3.2, и помещают в него электроды прибора.

Отсчет проводят, когда показания прибора примут установившиеся значения. Настройку pH-метра необходимо проверить по буферному раствору, значение pH которого лежит в диапазоне производимых измерений.

Измерение pH повторяют два раза, каждый раз вынимая электроды из раствора и при измерении вновь погружая их в раствор.

5.6.3 Обработка результатов

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Окончательный результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

Предел повторяемости r – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,2.

Предел воспроизводимости R – абсолютное значение разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости при доверительной вероятности 95 %, не превышает 0,4.

Границы абсолютной погрешности измерений pH ±0,3 при доверительной вероятности 95 %.

5.7 Содержание токсичных элементов в свекловичной мелассе определяют по ГОСТ 26927, ГОСТ 26930, ГОСТ 26932, ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538, СТБ 1313.

5.8 Определение пестицидов – по методикам [5] и [6], утвержденным в установленном порядке.

5.9 Микробиологические показатели определяют по ГОСТ 10444.12, ГОСТ 10444.15, ГОСТ 26968.

5.10 Содержание радионуклидов определяют по методикам выполнения измерений, утвержденным в установленном порядке и включенным в [7].

5.11 Содержание нитратов и нитритов – по ГОСТ 29270, ГОСТ 13496.19.

6 Транспортирование и хранение

6.1 Свекловичную мелассу транспортируют в железнодорожных цистернах по СТБ ГОСТ Р 51659 или в автоцистернах по ГОСТ 9218 в соответствии с нормами и правилами перевозки грузов, действующими на соответствующем виде транспорта, или в других видах транспортной тары по ТНПА, разрешенных Минздравом.

6.2 Отгружаемую в зимнее время свекловичную мелассу следует подогревать только закрытым паром до температуры не более 40 °С.

6.3 Свекловичную мелассу хранят в хорошо очищенных закрытых металлических резервуарах в соответствии с [8].

6.4 Гарантийный срок хранения свекловичной мелассы – 9 мес с даты отгрузки.

7 Гарантии изготовителя

Изготовитель гарантирует соответствие свекловичной мелассы требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных в настоящем стандарте.

Библиография

[1] Инструкция по ведению технологического процесса свеклосахарного производства. – М. : ВНИИСП, 1985

[2] Ветеринарно-санитарные нормы по безопасности кормов и кормовых добавок Республики Беларусь
Утверждены постановлением Министерства сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь 28.04.2008 № 48

[3] Санитарные нормы, правила и гигиенические нормативы «Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов»
Утверждены постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь 09.06.2009 № 63

[4] Инструкция по химико-техническому контролю и учету сахарного производства. – Киев, 1983

[5] Методические указания
МУ 2142-80 Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях хроматографией в тонком слое

[6] Методические указания
МУ 4120-80 Методические указания по определению хлорорганических пестицидов (γ-изомера ГХЦГ, α-изомера ГХЦГ, гептахлора, альдрина, кельтата, ДДЭ, ДДД, ДДТ) при совместном присутствии в воде хроматографическими методами)

[7] Перечень методических документов в области радиационного контроля, допущенных к применению в Республике Беларусь

[8] Инструкция по хранению, транспортированию и приемке мелассы на предприятиях Министерства пищевой промышленности СССР. – М. : ВНИИСП, 1975

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 01.07.2010. Подписано в печать 20.08.2010. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,44 Уч.- изд. л. 1,68 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru