ВСЕСОЮЗНЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
при СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

МЯСО И МЯСОПРОДУКТЫ

СБОРНИК СТАНДАРТОВ

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

Цена 14 руб. 60 коп.

СТАНДАРТГИЗ — 1947

gost.e-ecolog.ru

С. С. С. Р. Народный комиссариат пищевой промышленности	ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ *Издание официальное*	ОСТ / НКПП 559
	МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ КОНСЕРВИРОВАННЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ **(Мясные, мясорастительные, рыбные, овощные и фруктовые консервы, варенье, джем, желе, повидло, фруктовое пюре, соки натуральные и сульфитированные, экстракты, сиропы, овощи соленые и квашеные, маринованные фрукты и овощи, сушеные фрукты и овощи, рыбные презервы)**	Взамен ОСТ ВКС 6346 и 8223 и ОСТ КЗ СНК — 5925/164
		Консервная промышленность

Настоящий стандарт устанавливает правила отбора проб и методы испытания, применяемые при выпуске из производства, сдаче и приемке мясных, мясорастительных, рыбных, овощных и фруктовых консервов, варенья, джема, желе, повидла, фруктового пюре, соков натуральных и сульфитированных, экстрактов, сиропов, овощей соленых и квашеных, фруктов и овощей маринованных, фруктов и овощей сушеных и рыбных презервов.

ПРАВИЛА ОТБОРА ПРОБ

Отдельная и однородная партия

1. Качество консервированных пищевых продуктов устанавливается на каждую отдельную партию на основании отбираемого от нее среднего образца.

2. Под отдельной партией понимаются одноименные консервы в однородной упаковке (жестяных или стеклянных банках, бутылях, ящиках и т. п.), выработанные одним заводом и предназначенные к одновременной сдаче, приемке или осмотру.

3. Перед отбором образцов устанавливается однородность партии консервов по имеющейся на таре маркировке.

4. Однородной считается партия, состоящая из консервов одного вида и сорта в таре одного типа и размера, одного года и сезона производства, изготовленных одним заводом.

Составление среднего образца

5. Обязательное лабораторное испытание консервированных пищевых продуктов производится:

а) на заводе для составления сертификационного свидетельства;

Внесен	Утвержден	Срок введения
Главконсервом	6. VII 1940 г.	1/X 1940 г.

б) во всех случаях при наличии фактов, вызывающих сомнение в качестве продуктов.

Отбор проб на заводе для технического, химического, микробиологического анализа, термостатной выдержки и дегустационной комиссии производится в соответствии с инструкцией Наркомпищепрома СССР и Наркомздрава СССР № 242-р от 25 августа 1938 г. и приказом Наркомпищепрома СССР № 781 от 16 июля 1938 г.

6. Во всех остальных случаях от каждой подлежащей сдаче приемке или осмотру однородной партии консервов, расфасованных в жестяную или стеклянную тару, отбирают из разных штабелей или ящиков после предварительного осмотра $^1/_{30}$% всего количества жестяных или стеклянных банок, но не менее 10 единиц расфасовки.

7. При наличии консервов в поврежденной таре количество отбираемых единиц расфасовки удваивается.

8. Отобранные указанным выше способом консервы представляют собой средний образец. В среднем образце определяют путем его осмотра количество банок мятых, негерметичных по внешним признакам и с другими дефектами.

9. При приемке, сдаче или осмотре партии продукции, упакованной в бочковую или ящичную тару (кроме соленых, квашеных и сушеных овощей и сухофруктов), отбирают и вскрывают 3% всего количества единиц упаковки, но не менее 3 единиц упаковки.

Из каждой вскрытой бочки или ящика из разных мест и слоев производят выемку образцов в количестве не менее 200 *г* продукта.

Примечание. В случае наличия плесени на поверхности продукта или на внутренних стенках бочки, продукция таких бочек испытывается отдельно. Перед отбором образцов производят тщательную зачистку (удаление плесени) и продукт перемешивают чистой и сухой мешалкой.

10. От каждой однородной партии соленых, квашеных и маринованных овощей в бочковой таре вскрытию подлежат от 1 до 3 бочек в зависимости от количества их в партии.

Из каждой вскрытой бочки из разных мест и слоев производят выемку образца в следующих размерах:

а) для огурцов и томатов — до 1 *кг* плодов и до 0,5 *л* рассола или маринада;

б) для арбузов — до 1 *кг* плодов и до 1 *л* рассола;

в) для капусты — до 1 *кг* с соком (рассолом).

Примечание. Образцы берутся только из вполне исправных бочек. Бочки с явными пороками (поломанные, с наличием течи и пр.), обнаруженными при наружном осмотре, изымают из партии. Вопрос

об использовании продукта из этих бочек решают на месте. В случае необходимости анализа средние образцы для них составляют отдельно, на общих основаниях.

При определении качества квашеной капусты, соленых томатов и арбузов в открытой таре, после предварительного осмотра всей партии, по указанию приемщика, из разных мест производят выемку образцов, увеличивая общее количество отбираемого продукта, в зависимости от размера партии, в 3—5 раз, а для дошников — в 5 раз и более для каждого дошника по сравнению с количествами, указанными для бочек.

11. Отбор образцов из бочек и ящиков производят чистой ложкой или ножом в чистую и сухую посуду.

12. Для получения среднего образца от каждого вида сухоовощей, упакованных в ящики, фанерные цилиндры или жестяную тару, отбирают 3% всего количества единиц упаковки, но не менее двух.

Для получения среднего образца от каждого вида сухофруктов отбирают 3% всего количества единиц упаковки, но не менее трех.

13. Отобранные единицы упаковки сухоовощей и сухофруктов вскрывают и из каждой отбирают по 0,5 *кг* (из верхнего, среднего и нижнего слоев).

14. Перед отбором образцов сухофруктов и сухоовощей производится тщательный осмотр на зараженность вредителями тары снаружи (до вскрытия ее), тары внутри (после вскрытия), упаковочного материала (бумаги), самых верхних слоев продукта.

При осмотре тары и упаковочного материала необходимо обращать внимание на щели в ящиках, на складки в пакетах и бумаге. При таком осмотре могут быть обнаружены бабочки, жуки, личинки (гусеницы), куколки, коконы и пр. Все обнаруженное при осмотре складывается в пробирку для определения видового состава вредителей.

15. Средним образцом считают тщательно смешанные выемки из выделенных мест упаковки данной партии.

Выделение средней пробы

16. Из среднего образца консервов, расфасованных в мелкую жестяную или стеклянную тару емкостью до 1 *кг*, выделяют 5 единиц упаковки для химико-технического анализа и отдельно 5 единиц для бактериологического анализа.

17. Для консервов, расфасованных в герметическую крупную жестяную или стеклянную тару (3, 7 и 15 *кг*), выделяют 3 единицы упаковки. В данном случае, после взятия проб

для бактериологического анализа, содержимое банок или баллонов подвергается химическим исследованиям.

18. Для продуктов в бочковой или ящичной таре (кроме соленых, квашеных и сушеных овощей и сухофруктов) среднюю пробу выделяют из тщательно перемешанного среднего образца продукта весом в 500 *г* и помещают в чистую, сухую банку с плотно пригнанной пробкой.

19. Для сушеных фруктов или овощей средняя проба отбирается в соответствии с результатами предварительного осмотра среднего образца следующим образом:

а) если при предварительном осмотре тары и продукции ни сами вредители, ни следы их присутствия не обнаружены, то из тщательно перемешанного среднего образца данной партии выделяется средняя проба весом в 1200 *г*.

Средняя проба помещается в чистую, сухую широкогорлую банку с плотно пригнанной пробкой;

б) если при предварительном осмотре вредители обнаружены, тогда средняя проба для общего анализа выделяется в 1000 *г* и помещается в чистую, сухую широкогорлую банку с плотно пригнанной пробкой. Кроме того берут отдельную пробу, предназначенную специально для установления по ней степени зараженности продукции вредителями.

Для этого средний образец очень осторожно перемешивают, после чего из него берут пробу весом в 500 *г*, которую также помещают в стеклянную банку. В банку одновременно кладут запись, характеризующую взятую пробу (наименование продукта, завода, величину партии, место и дату взятия пробы, кем отобрана проба и особые отметки), после чего банку плотно закрывают пробкой.

20. При определении качества жидких продуктов (сиропов, экстрактов, соков натуральных и сульфитированных, томат-пюре, кетчуп и др.), в зависимости от рода тары, выделяют для отбора образцов:

Род упаковки	Выделяют для отбора образцов
Ящики с флаконами и бутылками	5% общего количества, но не менее 5 ящиков от партии
Баллоны стеклянные (бутыли)	5% общего количества, но не менее 5 баллонов от партии, а для экстрактов не менее 3 баллонов от партии
Бочки	5% общего количества, но не менее 5 бочек от партии

Выделенные бочки или баллоны (бутыли) после перемешивания содержимого вскрывают и из каждой отбирают пробоотборником пропорционально емкости тары 100—200 *мл* продукта.

Тщательно смешанные выемки из всех выделенных мест представляют собой среднюю пробу.

При расфасовке продуктов в флаконы или бутылки из каждого выделенного ящика отбирают от 1 до 3 флаконов или бутылок.

Для получения средней пробы содержимое всех отобранных флаконов, емкостью до 200 *мл* каждый, тщательно смешивают. При расфасовке в тару большей емкости из каждой единицы расфасовки отбирают такое количество продукта, чтобы размер средней пробы находился в установленных пределах.

Общий размер средней пробы устанавливается для экстрактов 300 *мл*, для остальных жидких продуктов 600 *мл*.

21. При проверке качества продукции на базах, в товаропроводящей сети и т. д. (но не на заводе) средняя проба опечатывается или пломбируется инспекцией по качеству или представителями обеих сторон; снабжается этикеткой, на которой должно быть обозначено:

1) наименование продукта,
2) наименование завода и дата изготовления продукта,
3) наименование адресата,
4) дата отправления,
5) номер транспортного документа,
6) дата отбора пробы,
7) величина партии,
8) кем отобрана проба.

22. В спорных случаях выделяется средняя проба для арбитражного анализа порядком, установленным в п.п. 6, 9, 10, 12, 13, 16, 17, 18, 19 и 20, которая опечатывается или пломбируется, как указано в п. 21.

23. Срок, условия и место хранения арбитражных проб и выбор лабораторий для анализа устанавливаются соглашением сторон. Срок хранения арбитражных проб продуктов, упакованных в бочки или ящики, должен быть не более одного месяца при температуре не выше 10° и проб консервов, расфасованных в жестяную или стеклянную тару, — не более 6 месяцев.

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ

Проверка внешнего вида консервов

24. При внешнем осмотре консервов отмечают:

а) наличие и состояние этикетки, содержание этикетной надписи;

б) внешний вид тары (жестяных или стеклянных банок или бутылок и бочек), т. е. наличие дефектов: видимое простым глазом нарушение герметичности, потеки и вздутие крышки, хлопающие крышки и др.; для жестяных банок особо отмечают деформацию корпуса, донышек, ржавчину и степень ее распространения, дефекты шва, дефекты в закатке донышек; для бочек отмечают помятость уторов, состояние обручей, клепок, наличие течи и т. д.

Проверка состояния внутренней поверхности жестяных банок

25. Проверка состояния внутренней поверхности жестяных банок производится в освобожденных от содержимого и промытых водой банках, при этом отмечают:

а) наличие и степень распространения темных пятен, образовавшихся в результате растворения полуды и обнажения железа,

б) наличие и степень распространения ржавых пятен,

в) наличие и размер наплывов припоя внутри банок,

г) степень сохранности лака или эмали на внутренней поверхности банок, а также состояние резиновой пасты у донышка и крышки банок.

Проверка герметичности жестяных банок

26. Жестяные банки освобождают от этикеток, моют и помещают в один ряд в предварительно нагретую до кипения воду, взятую примерно в четырехкратном количестве по отношению к весу банок, так, чтобы после погружения банок температура воды была не ниже 85° и слой воды над банками 25—30 *мм*. Появление струйки пузырьков воздуха в каком-либо месте банки указывает на ее негерметичность. Банки следует выдерживать в горячей воде 5—7 мин. Для дальнейших испытаний отбирают только герметически укупоренные банки.

27. Второй способ проверки герметичности жестяных банок заключается в следующем: банки помещают в нагретую до 70—80° воду на 3 мин., затем тщательно вытирают сухой

тряпкой, швы и фальцы протирают кроме того смоченной бензином ватой. Корпус банки обертывают полоской белой мягкой бумаги, поверх бумаги на оба конца банки (у фальцев) надевают резиновые кольца.

Подготовленную таким образом банку помещают в герметически закрывающийся сосуд, соединенный с вакуумнасосом, выкачивают воздух до разрежения в 745—750 *мм* ртутного столба (остаточное давление 15—10 *мм*) и держат под вакуумом 2—3 мин.

При негерметичности банки на бумаге останутся пятна от выступающих из банки жира, сока или заливки.

28. Проверка герметичности консервных банок может быть произведена аппаратом Бомбаго. Аппарат Бомбаго состоит из двух частей:

а) стеклянного резервуара, герметически закрывающегося крышкой с резиновой прокладкой,

б) поршневого насоса.

Предназначенные для испытания банки хорошо протирают тряпкой, смоченной бензином, особенно тщательно следует протереть продольный шов и фальцы.

В стеклянный резервуар прибора наливают свежепрокипяченную в течение 15 мин. и охлажденную воду с таким расчетом, чтобы опущенные банки были полностью погружены в воду.

Примечание. Непрокипяченной водой пользоваться нельзя, так как при удалении воздуха из резервуара банки покрываются большим количеством пузырьков воздуха, которые, отрываясь в разных местах, могут создать неверное впечатление о герметичности банок

В воду, налитую в резервуар, помещают банки в количестве не более 3 шт.

Герметически закрывают резервуар крышкой, снабженной вакуумметром и краном, соединенным с насосом.

Пускают насос и создают в резервуаре разрежение, равное 500 *мм* ртутного столба (остаточное давление 260 *мм*).

Устанавливают в процессе удаления воздуха из резервуара по количеству и месту выделения пузырьков воздуха состояние герметичности банок.

Негерметичной считается банка, в которой из одного и того же места выходят струйкой или периодически несколько пузырьков воздуха.

Примечания:

1. Отдельные пузырьки воздуха, появляющиеся в разных местах фальца, не являются показателями негерметичности банки, так как они могут выходить из фальца вполне герметичной банки.

2. Для проверки герметичности укупорки стеклянных банок пользуются аппаратом Бомбаго или сферовакуумметром.

3. В протоколе испытания должно быть указано, каким способом проверялась герметичность банки.

Оценка продукта по органолептическим показателям

29. Органолептическая оценка продукта (внешний вид, вкус, запах, цвет, консистенция, количество кусков или штук и др.) производится в холодном или разогретом виде, в зависимости от способа употребления в пищу данного продукта согласно указаниям на этикетке.

30. Органолептическому осмотру и оценке подвергается все содержимое банки, для чего оно помещается в какой-либо сосуд (тарелка, фарфоровая чашка). Если необходимо определить прозрачность жидкой части консерва, то последнюю после вскрытия банки сливают в стеклянный сосуд. Остальная часть содержимого банки помещается в тарелку или фарфоровую чашку.

31. Оценка всех продуктов по органолептическим показателям производится путем осмотра и опробования среднего образца соответственно характеристике органолептических показателей, указанной в стандарте на каждый вид продукции.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ И ВЕСА НЕТТО

32. Определение соотношения составных частей производится не ранее чем через 10 дней после изготовления продукции.

В фруктовых компотах, овощных консервах и маринадах

33. Тщательно вытертую снаружи банку взвешивают с точностью до 0,1 *г*. Затем банку вскрывают и все содержимое переносят на сито, поставленное над взвешенной фарфоровой чашкой, и дают стекать жидкости ровно 2 мин.

Продукт должен быть распределен по ситу так, чтобы он образовывал слой одинаковой толщины.

Сито должно иметь диаметр 20 *см*, высокий жестяной корпус, а сетка должна быть из луженой проволоки диаметром 2,5—3 *мм* и иметь четыре отверстия на 1 $см^2$.

Через 2 мин. фарфоровую чашку с жидкостью взвешивают и определяют вес жидкой части консерва.

Взвешивают пустую, вымытую водой и высушенную тару и определяют вес нетто.

По разности между весом нетто консерва и весом жидкой части консерва находят вес плодов или овощей и высчитывают содержание их в процентах.

В варенье, джеме и повидле

34. Из средней пробы берут навеску в 200 *г* варенья, взвешивая с точностью до 0,1 *г*.

Отвешенное варенье подогревают на водяной бане до 60°.

Затем переносят подогретое варенье на сито (размеры сита — см. п. 33), дают сиропу стекать 5 мин. в предварительно взвешенную фарфоровую чашку.

Взвешивают фарфоровую чашку с сиропом и вычисляют весовое соотношение между сиропом и плодами варенья.

Если варенье расфасовано в мелкую жестяную или стеклянную тару, определение составных частей производится из всего содержимого банки после подогревания.

Для проверки веса нетто варенья, джема или повидла, упакованного в бочковую тару, из числа выделенных отбирают 2—3 бочки и после взвешивания брутто каждой бочки перекладывают содержимое в чистую, сухую бочку или какую-либо подходящую для этого посуду. Тару из-под варенья, джема или повидла тщательно очищают изнутри деревянной лопаточкой, затем обмывают чистой теплой водой, тотчас насухо вытирают и взвешивают. Вес нетто определяют по разности веса брутто и тары.

В сушеных фруктах и овощах

35. Из средней пробы берут навеску в 200 *г* сушеных фруктов или овощей.

Помещают навеску на стекло, положенное на белую бумагу, и с помощью пинцета разбирают пробу на части (посторонние примеси, примеси поврежденных плодов и пр.) в соответствии с требованиями стандарта.

Взвешивают каждую отобранную часть и вычисляют процентное отношение каждой части ко всей навеске.

В соленых огурцах, томатах и арбузах

36. Количество рассола и специй в единице упаковки для указанных овощей определяют путем взвешивания содержимого нескольких бочек.

После взвешивания брутто каждой бочки рассол выливают через шпунтовое отверстие в ведра или пустую, чистую бочку и снова взвешивают тару с оставшимися в ней овощами и специями. Затем освобождают тару от овощей и специй и взвешивают ее. В случае надобности специи взвешивают отдельно от овощей.

Определяют вес нетто по разности между весом брутто и весом тары.

Количество рассола, а также овощей и специй определяют по разности и вычисляют их процентное отношение к общему весу содержимого бочки.

В квашеной капусте

37. Количество естественного сока (рассола) в квашеной капусте определяют путем взвешивания среднего образца (весом 3—4 *кг*) капусты вместе с рассолом и определяют количество содержащегося в них сока, свободно стекающего в течение 15 мин. Для этого пробу капусты после взвешивания помещают на наклонно поставленную чистую доску и через указанный промежуток времени повторяют взвешивание. По разности между первым и вторым взвешиваниями определяют количество сока (рассола) и вычисляют затем процентное отношение последнего к взятому весу пробы.

Вес нетто определяют по разности между весом брутто бочки с квашеной капустой и весом ополоснутой чистой водой тары после перекладывания капусты в другую чистую бочку.

В мясных консервах

38. Тщательно вытертую снаружи банку взвешивают с точностью до 0,1 *г*, вскрывают банку и подогревают в водяной бане до температуры 60—70°.

Сливают в стакан бульон вместе с жиром и присоединяют к нему легко отделяющийся от мяса жир.

Банку взвешивают с оставшимся мясом, освобождают от содержимого, моют горячей водой, высушивают, вновь взвешивают и определяют вес мяса и нетто консерва.

Жир в стакане с бульона снимают после остывания и также взвешивают.

Вес бульона определяют по разности между весом нетто консерва и весом мяса с жиром.

В рыбных консервах и презервах

39. Тщательно вытертую снаружи банку взвешивают с точностью до 0,1 *г*. Крышку банки прорезают ножом примерно на $^2/_3$ длины окружности и слегка отгибают наружу настолько, чтобы в образовавшуюся прорезь не проходили твердые составные части консерва.

Затем банку наклоняют и сливают жидкую часть консерва возможно полнее в фарфоровую чашку и банку снова взвешивают.

По разности узнают вес жидкой части, затем крышку банки отгибают полностью и содержимое банки переносят в другую фарфоровую чашку.

Затем банку моют, высушивают и после взвешивания по разности между весом брутто и тары определяют вес нетто.

Вес рыбы находят по разности между весом нетто и весом жидкой части. Содержание в банке рыбы и жидкой части определяют в процентах.

Для определения веса нетто презервов, упакованных в бочковую тару, после взвешивания бочки с содержимым сливают жидкую часть (тузлук) и снова взвешивают бочку с рыбой. Затем перекладывают рыбу в чистую, сухую тару и взвешивают пустую бочку. Вес нетто определяют по разности.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ

Подготовка пробы к химическому анализу

40. Подготовка пробы к химическому анализу производится различно, в зависимости от характера продукта.

При испытании консервов в герметической таре крышку банки прорезают ножом примерно на $^3/_4$ длины окружности и, отгибая ее слегка наружу, сливают жидкую часть в фарфоровую чашку.

Твердую часть консерва вынимают, быстро пропускают два раза через мясорубку, смешивают с жидкой частью и

растирают по частям в фарфоровой ступке до состояния однородной массы, которую переносят в банку с притертой пробкой.

Консервы, в которых трудно отделить жидкую часть от твердой, целиком пропускают через мясорубку.

Примечания:

1. При подготовке пробы консерва «Томаты цельные» все содержимое банки протирают при помощи резинового пестика (резиновая пробка с прикрепленной к ней ручкой) через медное сито с отверстиями диаметром 1—1,5 *мм* (не пропускающими томатных семян).

2. Перед пропусканием через мясорубку фруктовых консервов косточки из них должны быть удалены. Должны быть предварительно удалены кости из консервов куриных и из дичи.

3. При подготовке проб рыбных презервов (анчоусы, кильки и т. д.) специи (лук, перец и др.) должны быть отделены от мяса. Измельчению подвергается только мясо рыбы.

Пюреобразные продукты (овощная икра, томат-пюре, томат-паста, паштеты, фарши, повидло и т. п.) и варенье по вскрытии банки перемешивают, тщательно растирают в ступке до состояния однородной массы и помещают в банку с плотно пригнанной пробкой.

Примечание. Варенье из косточковых плодов предварительно освобождают от косточек.

Сушеные фрукты освобождают от косточек, измельчают ножницами на мелкие кусочки и помещают в банку с плотно пригнанной пробкой.

От полученной одним из указанных способов пробы отбирают навески для всех последующих определений, причем каждый раз перед взятием навески всю массу тщательно перемешивают.

При испытании соленых и квашеных овощей анализу подвергают только рассол или сок.

41. Химическое и бактериологическое исследование консервов производят в соответствии с порядком химико-технического и бактериологического контроля консервов, установленным в действующей инструкции о порядке химико-технического и бактериологического контроля консервов.

Определение сухих веществ

42. В чистую и сухую бюксу диаметром 5—5,5 *см* помещают 12—15 *г* очищенного прокаленного песка, вкладывают стеклянную палочку, все вместе высушивают и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 *г*.

В бюксу помещают 5—6 *г* подготовленного для анализа вещества, закрывают бюксу крышкой и снова взвешивают на аналитических весах с той же точностью. Затем, открыв крышку бюксы, тщательно и осторожно перемешивают навеску с песком стеклянной палочкой.

Открытую бюксу с навеской помещают в сушильный шкаф и сушат в течение четырех часов при температуре 98—100° для овощных, фруктовых и рыбных консервов и при 100—105° для мясных консервов.

Для фруктовых изделий (варенье, джем, повидло, фруктовое пюре) навеска около 3 *г* в бюксе с песком выдерживается в сушильном шкафу в течение 10 мин. при температуре около 70°. После этого бюксу вынимают, содержимое тщательно перемешивают, снова ставят в сушильный шкаф и высушивают при 130° в течение 1 часа.

Бюксы закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием или серной кислотой (металлические бюксы 15—20 мин., стеклянные 25—30 мин.) и взвешивают.

Содержание сухих веществ в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(c-a) \cdot 100}{b-a},$$

где: a—вес бюксы со стеклянной палочкой и песком в *г*,

b—вес бюксы со стеклянной палочкой, песком и навеской до высушивания в *г*,

c—вес бюксы с песком, палочкой и навеской после высушивания в *г*.

Примечания:

1. В виде исключения допускается высушивание в фарфоровых чашках с диаметром 5—6 *см* при том же режиме.

2. Стеклянная палочка должна быть оплавлена с обоих концов и иметь такую длину, которая допускала бы плотное закрывание бюксы крышкой.

3. При определении влаги в сухофруктах высушивание производится без песка при температуре 98—100°.

4. Очистку песка производят следующим образом: песок просеивают через сито с диаметром отверстий в 4—5 *мм* и отмучивают водопроводной водой. Приливают соляную кислоту (1:1), перемешивают и оставляют стоять на ночь. Затем песок тщательно промывают вначале водопроводной водой до исчезновения кислой реакции (проба на лакмус), затем дестиллированной водой и высушивают. Вновь просеивают через сито с диаметром отверстий 1—1,5 *мм* и прокаливают для удаления органических веществ. Хранят очищенный песок в чистой, плотно закрытой банке.

Определение влаги в сушеных овощах

43. При определении влаги в сухоовощах средняя проба испытуемого продукта предварительно подготовляется следующим образом:

Берут 50—100 *г* картофеля, измельчают в ступке и измельченный материал просеивают через миллиметровое сито, остаток измельчают повторно до тех пор, пока все остальное количество не будет пропущено через сито.

Другие сухоовощи измельчают на лабораторной мельнице или при помощи обыкновенных ножниц, причем частицы должны быть по размеру не более 2—3 *мм*.

Все операции по измельчению сухоовощей производят быстро, чтобы избежать изменения их фактической влажности.

Измельченный материал по мере раздробления ссыпают в банку с плотно пригнанной пробкой.

Из средней пробы берут две параллельные навески, около 3 *г* каждая, в стеклянные или металлические бюксы с диаметром 3—4 *см* и высотой 4—5 *см*.

Взвешивание производят на аналитических весах с точностью до 0,001 *г*.

Навеска определяется по разности между весом бюксы с навеской и весом пустой бюксы, предварительно высушенной в течение одного часа в сушильном шкафу при той же температуре, при которой производится высушивание навески.

Бюксы с навесками помещают в сушильный шкаф, сняв предварительно крышки.

Высушивание картофеля, моркови, свеклы и белых кореньев производится в сушильном шкафу при температуре 95—100°, капусты и лука при 85—90°.

Через 4 часа бюксы вынимают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикаторе (металлические бюксы 15—20 мин., стеклянные 25—30 мин.) и взвешивают. Последующие взвешивания производят каждый раз после высушивания в течение 1 часа.

Высушивание производят до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,005 *г*.

Результаты определения вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(b-c) \cdot 100}{b-a},$$

где: X—содержание влаги в процентах,
b—вес навески с бюксой до высушивания,
a—вес пустой бюксы,
c—вес навески с бюксой после высушивания.

Определение сухих веществ рефрактометром

44. Метод определения сухих веществ рефрактометром применяется в том случае, когда в соответствующем стандарте на готовый продукт имеется на это специальное указание.

На центральную часть плоскости грани призмы наносят каплю испытуемой жидкости (сироп, сок) при помощи оплавленной стеклянной палочки, не дотрагиваясь палочкой к плоскости призмы.

Если продукт представляет собой массу, включающую твердые частицы, небольшое количество продукта берут в сложенный вдвое кусок марли, медленным надавливанием выжимают 2—3 капли сока, а третью или четвертую каплю наносят на грань призмы.

Верхнюю часть призмы опускают и плотно прикладывают к нижней неподвижной части призмы.

После этого смотрят в окуляр и находят путем передвижения окуляра наиболее резкую границу между темной и светлой половиной поля зрения. Эту границу устанавливают так, чтобы она совпадала с пунктирной линией или центром кружка, после чего отмечают по шкале процентное содержание сухих веществ.

Для получения резкой грани между темной и светлой половинами поля зрения служит компенсатор, которой расположен на одной оси с рычагом окуляра, передвижением которого устраняются светорассеяние и вызываемая последним расплывчатость границы.

Для того чтобы получить отчетливое поле зрения, аппарат устанавливают таким образом, чтобы прямоугольное отверстие призмы было направлено в сторону, противоположную падению света. Падающие лучи рассеянного света отражают в отверстие призмы соответствующей установкой зеркала.

Для проверки правильности показания прибора на призму наносят каплю чистой дестиллированной воды и смотрят в окуляр. Если пунктирная линия или центр кружка поля зрения отклоняется от нуля при повторных определениях более чем на 0,2%, то при помощи ключа устанавливают шкалу на нулевое деление.

Таблица 1

Температурные поправки для нормальных моделей при 20°

Температура	Содержание сухих веществ										Температура
	5%	10%	15%	20%	30%	40%	50%	60%	70%	75%	
	От показания рефрактометра следует отнять:										
15°	0,25	0,27	0,31	0,31	0,34	0,35	0,36	0,37	0,36	0,36	15°
16°	0,21	0,23	0,27	0,27	0,29	0,31	0,31	0,32	0,31	0,29	16°
17°	0,16	0,18	0,20	0,20	0,22	0,23	0,23	0,23	0,20	0,17	17°
18°	0,11	0,12	0,14	0,14	0,15	0,16	0,16	0,15	0,12	0,09	18°
19°	0,06	0,07	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09	0,08	0,07	0,05	19°
	К показанию рефрактометра следует прибавить:										
21°	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	21°
22°	0,12	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,14	0,14	0,14	22°
23°	0,18	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,23	0,21	0,22	0,22	23°
24°	0,24	0,26	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,28	0,29	0,29	24°
25°	0,30	0,32	0,32	0,34	0,36	0,36	0,38	0,36	0,36	0,37	25°
26°	0,36	0,39	0,39	0,41	0,43	0,43	0,46	0,44	0,43	0,44	26°
27°	0,43	0,46	0,46	0,48	0,50	0,51	0,55	0,52	0,50	0,51	27°
28°	0,50	0,53	0,53	0,55	0,58	0,59	0,63	0,60	0,57	0,59	28°
29°	0,57	0,60	0,61	0,62	0,66	0,67	0,71	0,68	0,65	0,67	29°
30°	0,64	0,67	0,70	0,71	0,74	0,75	0,80	0,76	0,73	0,75	30°

При отсчете показаний прибора необходимо одновременно отмечать температуру, при которой производилось определение, так как показание прибора будет истинным лишь при 20°.

Если определение производилось при иной температуре, вносят соответствующую поправку согласно табл. 1.

Определение общей кислотности

45. Навеску средней пробы в 20 *г* отвешивают в стаканчике на техно-химических весах и без потерь переносят, смывая дистиллированной водой через воронку, в мерную колбу емкостью на 250 *мл*. Колбу доливают дистиллированной водой приблизительно до $^3/_4$ ее объема, хорошо встряхивают и нагревают в водяной бане до 80°. Затем колбу вынимают из бани и дают стоять 30 мин., время от времени встряхивая.

Колбу охлаждают под краном до комнатной температуры, доливают дистиллированной водой до метки и, закрыв пробкой, хорошо перемешивают содержимое.

Фильтруют жидкость через сухой складчатый фильтр в сухой стакан или колбу.

Берут пипеткой 50 *мл* фильтрата в колбу Эрленмейера емкостью на 200—250 *мл*, прибавляют 3—5 капель 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н раствором едкой щелочи.

Для окрашенных растворов конец титрования устанавливают по чувствительной лакмусовой бумажке.

Общую кислотность выражают в процентах, считая на соответствующую кислоту. Вычисление ведется по формуле:

$$X = \frac{n \cdot K \cdot 5 \cdot 100}{a},$$

где: X — кислотность в %%,

n — число миллилитров точно 0,1 н раствора щелочи,

K — коэфициент пересчета на соответствующую кислоту:

для яблочной кислоты	0,0067
» лимонной »	0,0064
» уксусной »	0,0060
» молочной »	0,0090
» винной »	0,0075

a — навеска (или взятый объем для жидких продуктов) испытуемого вещества.

Примечания:

1. Если фильтрат сильно окрашен, его разбавляют, доливая перед титрованием в эрленмейеровскую колбу приблизительно такой же объем дестиллированной воды.

2. Для определения общей кислотности жидких продуктов (сок, рассол, заливочная жидкость и т. п.) берут пипеткой 20 *мл* жидкости в мерную колбу на 250 *мл*, доливают дестиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и берут отсюда 50 *мл* в эрленмейеровскую колбу для титрования.

Определение общей кислотности окрашенных вытяжек электрометрическим титрованием

46. Для определения общей кислотности электрометрическим титрованием собирают прибор, состоящий из следующих частей:

а) чувствительного гальванометра,

б) телеграфного ключа или звонковой кнопки,

в) широкогорлой эрленмейеровской колбы емкостью 250—300 *мл*,

г) трубки диаметром 0,8—1,0 *см* и длиной около 15—20 *см* со стеклянным краном,

д) двух стеклянных электродов — трубок диаметром около 0,5 *см* и длиной 15—20 *см* с впаянными на одном конце платиновыми проволочками такой длины, чтобы наружу выходило 0,2—0,3 *см* проволоки.

Примечание. В качестве трубки со стеклянным краном очень удобно пользоваться бюреткой, обрезанной до соответствующей длины. Кончик бюретки также следует обрезать настолько, чтобы осталась трубка длиной 1—2 *см* от крана. Следует выбирать такую бюретку, чтобы кран ее проходил достаточно свободно через горлышко колбы. В случае надобности можно обрезать крылья крана.

Эрленмейеровскую колбу закрывают каучуковой или корковой пробкой с небольшим U-образным продольным боковым вырезом по всей длине пробки для выхода воздуха.

В пробке просверливают 3 отверстия:

а) широкое для стеклянной трубки с краном,

б) узкое для одного платинового электрода и

в) узкое для насадки бюретки.

Второй платиновый электрод вставляют в стеклянную трубку с краном.

В трубки обоих платиновых электродов наливают небольшое количество ртути (на 5—8 *см* по высоте) для контакта

и вставляют, погружая в ртуть, зачищенные концы отрезков звонковой проволоки.

Полезно после этого верхние отверстия трубок электродов залить менделеевской замазкой для предохранения от разливания ртути.

Один из электродов соединяют посредством отрезка проволоки с одним контактом гальванометра, другой контакт гальванометра присоединяют проволокой к зажиму ключа или кнопки. Отрезок проволоки, вставленной во второй электрод, другим своим концом присоединяют ко второму зажиму ключа или кнопки.

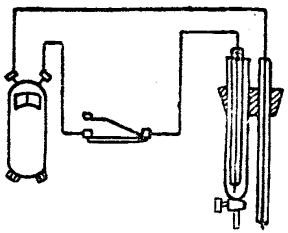

Рис. 1

Схема прибора

В стеклянную трубку с краном наливают небольшое количество (5—8 *мл*) насыщенного раствора хлористого калия (4 н), нейтрализованного 0,01 н раствором щелочи по фенолфталеину до слабо-розового окрашивания, осторожно приоткрывая стеклянный кран, заполняют конец трубки раствором так, чтобы в ней не оставалось пузырьков воздуха.

В трубку к раствору хлористого калия добавляют на кончике ланцета небольшое количество хингидрона и тщательно перемешивают его с жидкостью при помощи вставленного в трубку платинового электрода. Заряженная таким образом трубка может служить для серии определений, по окончании которой трубка должна быть тщательно промыта и налита дестиллированной водой, в которой затем хранится электрод.

В эрленмейеровскую колбу берут 25—50 *мл* вытяжки, приготовленной обычным способом, или сока. Если для титрования было взято меньше 50 *мл* вытяжки или сока, добавляют прокипяченной дестиллированной воды до общего объема в 50 *мл*. После этого добавляют в колбу небольшое количество хингидрона (на кончике ланцета), который смешивают с жидкостью круговыми вращениями колбы.

Закрывают колбу пробкой с вставленными в нее трубками и сквозь третье отверстие пробки пропускают стеклян-

ную насадку бюретки, наполненной 0,1 н раствором щелочи. Все пространство от крана до конца насадки заполняют раствором щелочи таким образом, чтобы не оставалось пузырьков воздуха.

Примечание. Пробку вставляют так, чтобы в жидкость были погружены концы электрода и стеклянной трубки с краном.

Насадка — стеклянная трубочка с оттянутым концом — должна быть около 8—10 *см* длиной. Она присоединяется с помощью каучуковой трубки к концу бюретки.

Нажимая ключ или кнопку, проверяют правильность сборки прибора. При этом стрелка гальванометра должна отклониться от нулевого положения. Включение цепи производят короткими, непродолжительными нажимами ключа или кнопки.

Титрование производят, приливая из бюретки по 2—3, а под конец по одной капле 0,1 н раствора щелочи; после каждого прибавления капель щелочи жидкость взбалтывают в колбе и нажимают ключ. Титрование считается оконченным, когда стрелка гальванометра после очередного прибавления раствора щелочи остается неподвижной.

Отсчитывают по бюретке количество миллилитров 0,1 н раствора щелочи, пошедшее на титрование.

Результат вычисляют тем же порядком, какой указан в п. 45.

Примечания:

1. Перед определением необходимо правильно установить гальванометр, для чего, опустив тормоз стрелки, дают ей успокоиться и, если она не будет стоять на нуле, регулирующим винтом подводят ее на нуль.

2. По окончании титрования вынимают из колбы пробку с трубками и смывают последние дестиллированной водой из промывалки. Колбу тщательно вымывают, ополаскивают и приступают к очередному определению. По окончании работы в эрленмейеровскую колбу наливают 50—75 *мл* дестиллированной воды и закрывают пробкой так, чтобы платиновый электрод был погружен в воду.

3. По окончании определения поднимают тормоз стрелки гальванометра, закрепляя ее в неподвижном положении.

Определение летучих кислот

47. В предварительно взвешенную чистую и сухую бюксу берут навеску испытуемого вещества в 2—3 *г*, переносят ее без потерь в круглодонную колбу емкостью на 200—250 *мл*, смывая навеску из бюксы прокипяченной дестиллированной водой с таким расчетом, чтобы общее количество жидкости было 50 *мл*.

К смеси добавляют 1 *мл* 10%-ного раствора фосфорной кислоты и закрывают колбу пробкой с двумя отверстиями. В одно из отверстий вставляют доходящую почти до дна колбы изогнутую под прямым углом и оттянутую в нижней части стеклянную трубку для соединения колбы с парообразователем, а в другое отверстие вставляют каплеуловитель, соединяющий колбу с холодильником Либиха.

Под холодильник подставляют приемную колбу Эрленмейера емкостью в 400—500 *мл* с отметкой на месте, соответствующем объему жидкости в 300 *мл*.

Конец каучуковой трубки, служащий для присоединения стеклянной трубки, вставленной в перегонную колбу, с парообразователем крепко зажимают зажимом Мора, перегонную колбу нагревают и отгоняют из нее половину жидкости в приемник.

Парообразователь, наполненный прокипяченной в течение часа дестиллированной водой, нагревают, доводя воду в нем до кипения, и вытесняют парами воды весь находящийся в парообразователе воздух.

При помощи каучуковой трубки, снабженной зажимом Мора, соединяют парообразователь с трубкой перегонной колбы, проводящей пар, прекратив нагревание на время соединения.

Затем в перегонную колбу начинают пропускать пар из парообразователя, для чего удаляют зажим Мора, и воду в парообразователе снова доводят до кипения.

При отгонке паром летучих кислот необходимо сохранять объем жидкости в перегонной колбе постоянным и равным приблизительно 25 *мл* путем регулирования подогревания перегонной колбы, не допуская пригорания испытуемого вещества и перебрасывания его при бурном кипении в холодильник.

Отгонку ведут до тех пор, пока не будет собрано 300 *мл* дестиллата.

Скорость перегонки регулируют таким образом, чтобы на перегонку 300 *мл* потребовалось около 1,5 часа.

Титрование отгона производят 0,1 н раствором едкой щелочи с фенолфталеином в качестве индикатора.

Количество летучих кислот, считая на уксусную кислоту, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\left(n - 0{,}25\right) \cdot 0{,}0060 \cdot 100}{b \cdot a},$$

где: X—количество летучих кислот в процентах,
a—вес бюксы,
b—вес бюксы с навеской,
n—число миллилитров точно 0,1 н раствора щелочи, пошедшее на титрование,
0,0060—титр 0,1 н раствора щелочи, выраженный по уксусной кислоте,
0,25—экспериментально установленная поправка на CO_2.

Определение летучих кислот во фруктово-ягодных соках

48. Берут 22 *мл* испытуемой жидкости в эрленмейеровскую колбу емкостью около 100 *мл*, которую затем соединяют при помощи согнутой трубки диаметром 8—9 *мм* с небольшим, вертикально поставленным холодильником (длиной около 20 *см*). Из взятого количества жидкости отгоняют ровно 20 *мл* в мензурку.

Отгонку нужно вести осторожно на пламени горелки (газовой или спиртовой) в течение 10—15 мин., не допуская перегрева стенок колбы во избежание возможной карамелизации.

По окончании отгонки дестиллат тщательно перемешивают стеклянной палочкой, берут 10 *мл* дестиллата пипеткой в небольшую колбочку или стакан, прибавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют 0,1 н раствором едкой щелочи до изменения окраски.

Расчет количества летучих кислот (X) в пересчете на уксусную кислоту производят по формуле:

$$X = \frac{n \cdot 0{,}0060 \cdot 100}{11},$$

где: n—число миллилитров точно 0,1 н раствора щелочи, пошедшее на титрование.

Определение жира по Сокслету

49. Подготовленную пробу тщательно перемешивают и, не давая отслоиться жиру, быстро берут навеску около 5 *г* на часовое стекло или в небольшую фарфоровую чашечку. Взвешивание производят на аналитических весах с точностью до 0,001 *г*.

Переносят навеску в фарфоровую ступку с гипсом на дне и туда же добавляют остаток отвешенного на техни-

ческих весах жженого гипса из расчета 4 *г* гипса на 1 *г* навески при 75% содержания влаги в навеске (1 *г* жженого гипса связывает 0,2 *г* воды).

Для освобождения часового стекла или фарфоровой чашки от остатка навески на них насыпают немного жженого гипса и тщательно очищают в ступку.

Навеску тщательно перемешивают в ступке с гипсом, после чего переносят в гильзу экстрактора аппарата Сокслета, ступку и часовое стекло 2—3 раза тщательно вытирают сухой гигроскопической ватой, смоченной эфиром, и помещают ее также в экстракционную гильзу, края которой затем загибаются внутрь так, чтобы вещество было закрыто. После этого гильзу вставляют в экстрактор аппарата.

Собирают аппарат Сокслета, присоединяют к нему предварительно высушенную и взвешенную колбочку, наполненную приблизительно на $^2/_3$ высушенным $CaCl_2$ и перегнанным петролейным или этиловым эфиром.

Пропускают воду в холодильник аппарата и слабо нагревают колбу на электрической водяной бане.

Экстракция ведется в течение 6—8 часов при условии, чтобы в 1 час было не менее 5—6 и не более 8—10 сливаний эфира до полного извлечения жира, которое проверяется нанесением капли стекающего из экстрактора растворителя на часовое стекло. После испарения растворителя на стекле не должно оставаться жирного пятна.

По окончании экстрагирования жира эфир из колбочки отгоняют и высушивают жир в сушильном шкафу при температуре 100—105° в течение 1 часа 30 мин.

Колбочку с жиром охлаждают в эксикаторе в течение 30—35 мин. и взвешивают.

Содержание жира вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(a-b) \cdot 100}{c},$$

где: X — процент жира в испытуемом веществе,
a — вес колбочки с жиром,
b — вес пустой колбочки,
c — навеска вещества.

Примечания:

1. При отсутствии гипса навеску вещества высушивают с песком в течение 4 час., после чего помещают в гильзу экстрактора и поступают далее, как описано выше.

В качестве обезвоживающего средства можно применять также сульфат натрия (Na_2SO_4) или двуметаллический фосфат натрия (Na_2HPO_4).

2. Для получения жженого гипса продажный гипс высушивают при 120°, а Na_2SO_4 и Na_2HPO_4 обезвоживают прокаливанием на медной сковороде.

3. Для экстрагирования жира должны применяться фракции петролейного эфира с температурой кипения от 40 до 75°.

4. Экстракционную гильзу, в случае отсутствия готовой, можно сделать из обыкновенной обезжиренной фильтровальной бумаги. Для этого дважды или трижды оборачивают около деревянной цилиндрически обточенной болванки полоску фильтровальной бумаги достаточной ширины. Обрезают ее с того конца, где болванка имеет ровно срезанный край, на расстоянии, равном диаметру болванки, затем аккуратно свертывают края бумаги на плоском дне деревянного цилиндра, для чего постепенно загибают бумагу, начиная с внутреннего конца, так, как заворачивают пакеты. Сильным надавливанием цилиндра на деревянную пластинку свернутое донышко сравнивается и закрепляется. Полезно закрепить приготовленный патрон по середине обезжиренной вымачиванием в эфире простой белой хлопчатобумажной ниткой.

Определение жира по обезжиренному остатку

50. Экстрагирование жира производят в аппарате Сокслета или Зайченко.

Навеску около 3 *г* предварительно измельченного и высушенного продукта помещают в прямоугольный кусок фильтровальной бумаги (размером 6×7 *см*) и завертывают в виде пакета. Для предотвращения возможных потерь пакеты завертывают в несколько больший кусок бумаги (размером 7×8 *см*) так, чтобы линии загиба обоих пакетов не совпадали.

Куски фильтровальной бумаги, в которые помещается испытуемый продукт, предварительно высушивают и взвешивают.

Суммарный вес двух кусков фильтровальной бумаги и навески продукта указывает вес пакета с испытуемым веществом до экстракции.

Приготовленные таким образом несколько пакетов с отметкой на каждом графитным карандашом помещают в экстрактор аппарата Сокслета или в экстракционный стаканчик аппарата Зайченко и подвергают экстрагированию петролейным (температура кипения 40—75°) или этиловым эфиром. Эфир должен быть предварительно высушен $CaCl_2$ и перегнан.

В экстрактор аппарата Сокслета вливают столько эфира, сколько нужно для того, чтобы последний по сифонной трубке переливался в колбочку. В колбочку аппарата Зайченко вливают 30 *мл* эфира. Нагревание ведут на электрической водяной бане.

Для определения конца экстрагирования нужно взять на часовое стекло каплю растворителя, стекающего из экстрактора, и если на стекле после испарения эфира не останется жирного пятна, экстрагирование считают законченным.

После полного извлечения жира вынутые из экстрактора пакеты просушивают 20—30 мин. под тягой для удаления эфира, затем 1,5—2 часа в сушильном шкафу при температуре 98—100° и взвешивают.

Содержание жира в процентах (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(b-c) \cdot (100-y)}{b-a},$$

где: a—вес пакета,

b—вес пакета с навеской до экстрагирования,

c—вес пакета с навеской после экстрагирования и высушивания,

y—процент влаги в испытуемом продукте до высушивания.

Примечание. Взвешивание производят на аналитических весах с точностью до 0,001 *г*.

51. В спорных случаях определение жира в продукте производится по методу Сокслета.

Определение хлористого натрия (поваренной соли)

52. Приготовляют вытяжку, как описано при определении общей кислотности (или пользуются уже приготовленной для этой цели вытяжкой), берут пипеткой 50 *мл* профильтрованной вытяжки, нейтрализуют ее раствором щелочи в присутствии фенолфталеина, приливают 1 *мл* 10%-ного раствора хромово-кислого калия и титруют 0,05 н раствором азотно-кислого серебра.

Для продуктов, сообщающих вытяжке интенсивную окраску, затрудняющую титрование раствором азотно-кислого серебра, рекомендуется брать в тигель навеску в 10 *г*, подсушивать ее на водяной бане, а затем подвергать осторожному обугливанию на газовой горелке или на электрических нагревателях. Обугливание ограничивается моментом, когда содержимое тигля легко распадается от надавливания стеклянной палочкой.

Содержимое тигля количественно переносят затем в стакан емкостью 300—400 *мл*, смывая тигель несколько раз дистиллированной водой.

Жидкость в стакане осторожно при помешивании нагревают до кипения и после остывания переводят в мерную колбу емкостью 250 *мл*. Прибавляют к жидкости 3—5 капель раствора фенолфталеина, нейтрализуют ее раствором щелочи и доводят дистиллированной водой до метки. После тщательного перемешивания берут пипеткой 50 *мл* жидкости в эрленмейеровскую колбу, приливают 1 *мл* 10%-ного раствора хромово-кислого калия и титруют 0,05 н раствором азотно-кислого серебра.

Процентное содержание хлористого натрия (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{n \cdot 0{,}0029 \cdot 250 \cdot 100}{a \cdot 50},$$

где: n—количество миллилитров точно 0,05 н раствора азотно-кислого серебра, пошедшее на титрование 50 *мл* испытуемого раствора,

0,0029—титр 0,05 н раствора азотно-кислого серебра, выраженный по хлористому натрию,

a—навеска вещества.

Примечание. При содержании в продукте соли свыше 3% следует брать навеску вещества в 10 *г* и титровать 0,1 н раствором $AgNO_3$ (титр по хлористому натрию 0,00585).

Определение сахаров

Подготовка испытуемого раствора

53. Около 7—8 *г* подготовленного к анализу испытуемого вещества (повидло, варенье или джем) отвешивают в стаканчик на технохимических весах (с точностью до 0,01 *г*) и без потерь переносят в мерную колбу емкостью 500 *мл*, смывая стаканчик несколько раз дистиллированной водой. Количество воды для перенесения навески не должно превышать 250 *мл*.

Примечание. Навеску испытуемого вещества необходимо брать по расчету, чтобы получить в конечном фильтрате концентрацию сахара от 0,8 до 0,4%.

Нейтрализуют органические кислоты, содержащиеся в навеске, 15%-ным раствором соды по лакмусу и колбу с содержимым нагревают в водяной бане при температуре 80° в течение 15 мин. при частом взбалтывании.

Затем охлаждают колбу до комнатной температуры и прибавляют мерным цилиндром 7 *мл* 30%-ного раствора нейтрального уксуснокислого свинца, хорошо перемешивают и дают стоять 5 мин. Появление прозрачного слоя жидкости над осадком указывает на полноту осаждения.

Тогда в эту же колбу прибавляют из мерного цилиндра 18—20 *мл* насыщенного раствора фосфорнокислого (Na_2HPO_4) или сернокислого натра, содержимое колбы взбалтывают и дают осадку отстояться. При осаждении избытка уксуснокислого свинца фосфорнокислым натром достаточно для отстаивания 10 мин.; при употреблении сернокислого натра, в случае мутности фильтрата, жидкость оставляют стоять в течение 24 час.

По окончании отстаивания проверяют полноту осаждения осторожным приливанием по стенке горлышка колбы нескольких капель раствора фосфорнокислого или сернокислого натра; при отсутствии появления мути в месте соприкосновения жидкости колбу доливают дестиллированной водой до метки, содержимое тщательно перемешивают и через 1—2 мин. фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухой стакан. Получают фильтрат *А*, служащий для определения в нем инвертного сахара.

В случае появления мути при проверке полноты осаждения избытка свинца добавляют еще несколько (8—10 *мл*) того или иного из указанных выше растворов солей натра, содержимое колбы взбалтывают, дают осадку отстояться и снова повторяют пробу на полноту осаждения избытка уксуснокислого свинца.

Определение инвертного сахара

(Методом титрования фелинговой жидкости с метиленовой синькой)

54. Берут из бюретки 10—15 *мл* фильтрата *А* в колбу Эрленмейера емкостью 100 *мл* и приливают отдельными пипетками по 5 *мл* первого и второго раствора Фелинга.

Колбу с жидкостью помещают на асбестированную металлическую сетку с вырезанным в центре круглым отверстием, прикрытым очень тонким слоем асбеста. Диаметр отверстия должен быть несколько меньше диаметра дна колбы. Колбу нагревают, регулируя пламя так, чтобы довести жидкость до кипения в течение 2 мин. Когда жидкость начинает кипеть, огонь уменьшают и продолжают кипячение при умеренном нагревании. Как только жидкость примет красный цвет от вы-

павшей закиси меди, что обычно бывает спустя одну минуту после начала кипения, добавляют в жидкость 5 капель раствора метиленовой синьки и продолжают кипячение. Жидкость в этот момент должна быть окрашена в синий цвет. Если синяя окраска незаметна, опыт повторяют, беря первоначально меньшее количество фильтрата *А* в эрленмейеровскую колбу, и повторяют все описанные выше операции.

К концу второй минуты от начала кипения бюретку с испытуемым раствором (фильтратом *А*) помещают над кипящей жидкостью и по истечении двух минут от начала кипения, не прерывая кипячения, прибавляют из нее в колбу немного раствора, дают смеси покипеть несколько секунд и, если она не покраснеет, снова добавляют из бюретки некоторое количество раствора и вновь дают кипеть несколько секунд.

Такое добавление испытуемого раствора из бюретки продолжают до тех пор, пока смесь в колбе после последнего прибавления раствора и нескольких секунд кипения не станет красной. В этот момент смесь в колбе состоит из двух фаз—бесцветной жидкости и осадка выпавшей закиси меди красного цвета. Моментом окончания реакции надо считать исчезновение синего окрашивания метиленовой синьки. Взмучиваемый при кипении осадок закиси меди окрашивает при этом всю смесь в красный цвет.

На все титрование с момента закипания жидкости в колбе должно итти не более 4 мин.

Примечание. Для предохранения бюретки от нагревания рекомендуется пользоваться бюреткой с изогнутым длинным концом, снабженным краном, или присоединять к обычной бюретке изогнутую трубку с оттянутым концом, или же, наконец, надевать асбестовый кружок на носик бюретки, укрепив кружок кусочком каучуковой трубки (резиновым кольцом).

После окончания реакции определяют по бюретке общий объем фильтрата *А*, израсходованного на реакцию с 10 *мл* фелинговой жидкости.

Количество инвертного сахара в 100 *мл* испытуемого раствора (фильтрата *А*) находят по табл. 2.

Расчет процентного содержания инвертного сахара (*X*) в продукте производится по формуле:

$$X = \frac{a}{2n},$$

где: *а*—число миллиграммов инвертного сахара в 100 *мл* испытуемого раствора, найденное по таблице,
п—навеска продукта в *г*.

Приготовление реактивов

а) Раствор Фелинга 1

34,63 *г* химически чистой свеже-перекристаллизованной сернокислой меди (медного купороса) растворяют в дестиллированной воде в мерной колбе емкостью на 500 *мл* и доливают до метки.

б) Раствор Фелинга 2

173 *г* химически чистой сегнетовой соли растворяют в 300 *мл* воды, фильтруют в мерную колбу на 500 *мл*, приливают отдельно приготовленный раствор 50 *г* едкого натра в 100 *мл* воды, жидкость взбалтывают и доливают водой до метки.

в) Раствор метиленовой синьки

Приготовляют 1%-ный раствор метиленовой синьки в дестиллированной воде. После растворения синьки раствор фильтруют.

Определение инвертного сахара цианатным методом

55. Сначала производится ориентировочное титрование. В эрленмейеровскую колбу емкостью на 100 *мл* берут 20 *мл* 1%-ного раствора феррицианида калия (железо-синеродистого калия или красной кровяной соли) $K_3Fe(CN)_6$ и 5 *мл* 2,5 н раствора едкого натра, затем прибавляют каплю 1%-ного раствора метиленовой синьки и содержимое колбы нагревают до кипения.

К кипящему раствору осторожно приливают из бюретки емкостью 10 *мл* по капле через каждые несколько секунд испытуемый раствор (фильтрат *А*) до исчезновения синей окраски. Концом титрования считают момент полного обесцвечивания раствора. Появление фиолетовой окраски после остывания раствора во внимание не принимается.

После ориентировочного титрования производят окончательное титрование. Для этого в эрленмейеровскую колбу емкостью на 100 *мл* вносят 20 *мл* 1%-ного раствора $K_3Fe(CN)_6$ при концентрации сахара от 0,25% и выше или 10 *мл* при меньшей концентрации раствора сахара и соответственно 5 или 2,5 *мл* 2,5 н раствора едкой щелочи. Затем из бюретки приливают испытуемый раствор (фильтрат *А*) на 0,2—0,3 *мл* меньше, чем показал ориентировочный опыт.

Таблица 2

Таблица для определения инвертного сахара

Количество испытуемого раствора в *мл*	Количество *мг* инвертного сахара в 100 *мл* раствора	Количество испытуемого раствора в *мл*	Количество *мг* инвертного сахара в 100 *мл* раствора	Количество испытуемого раствора в *мл*	Количество *мг* инвертного сахара в 100 *мл* раствора
15,0	336	28,0	183,7	41,0	127,1
15,5	326	28,5	180,7	41,5	125,7
16,0	316	29,0	177,6	42,0	124,2
16,5	307	29,5	174,7	42,5	122,8
17,0	298	30,0	171,7	43,0	121,5
17,5	290	30,5	169,0	43,5	120,0
18,0	282	31,0	166,3	44,0	118,7
18,5	274,5	31,5	163,8	44,5	117,5
19,0	267,0	32,0	161,2	45,0	116,2
19,5	260,8	32,5	158,9	45,5	115,0
20,0	257,5	33,0	156,5	46,0	113,7
20,5	248,7	33,5	154,4	46,5	112,6
21,0	242,9	34,0	152,2	47,0	111,4
21,5	237,4	34,5	150,1	47,5	110,3
22,0	231,8	35,0	147,1	48,0	109,2
22,5	227,0	35,5	145,9	48,5	108,2
23,0	222,0	36,0	143,9	49,0	107,2
23,5	217,7	36,5	142,1	49,5	106,1
24,0	213,1	37,0	140,2	50,0	105,4
24,5	208,9	37,5	138,4	—	—
25,0	204,8	38,0	136,6	—	—
25,5	201,1	38,5	135,0	—	—
26,0	197,4	39,0	133,0	—	—
26,5	193,9	39,5	132,5	—	—
27,0	190,4	40,0	130,2	—	—
27,5	187,1	40,5	128,7	—	—

Колбу нагревают до кипения в течение $^3/_4$—1 минуты, дают покипеть одну минуту, прибавляют одну каплю метиленовой синьки, уменьшают пламя горелки и приливают из бюретки по капле через каждые несколько секунд испытуемый раствор до исчезновения синей окраски. По бюретке отсчитывают число миллилитров испытуемого раствора, пошедшего на титрование.

Вычисление процентного содержания сахара (X) производится по одной из формул (1 или 2), в зависимости от взятого объема 1%-ного раствора $K_3Fe(CN)_6$ (соответственно 20 или 10 *мл*).

$$X = \frac{K\left(20{,}12 + 0{,}035.v\right) \cdot 50}{v.a} \quad \ldots\ldots\ldots 1$$

$$X = \frac{K\left(10{,}06 + 0{,}0175.v\right) \cdot 50}{v.a}, \quad \ldots\ldots\ldots 2$$

где: v—объем испытуемого раствора сахара, пошедшего на титрование 20 или 10 *мл* 1%-ного раствора $K_3Fe(CN)_6$,

a—навеска вещества, взятая для анализа,

K—поправка на точно 1%-ный раствор $K_3Fe(CN)_6$ (см. примечание).

Примечания:

1. Поправка K для 1%-ного раствора $K_3Fe(CN)_6$ устанавливается следующим образом: в эрленмейеровскую колбу с притертой или каучуковой пробкой берут пипеткой 50 *мл* приготовленного 1%-ного раствора $K_3Fe(CN)_6$, затем сюда же прибавляют 20 *мл* 10%-ного раствора $ZnSO_4$ (не содержащего железа) и 20 *мл* 20%-ного раствора KJ (не содержащего свободного иода), взбалтывают содержимое в закрытой колбе и тотчас же титруют выделившийся иод 0,1 н раствором гипосульфита в присутствии крахмала в качестве индикатора. Поправку K вычисляют с точностью до четвертого знака по формуле:

$$K = \frac{C \cdot 0{,}03291}{0{,}5},$$

где: C—число миллилитров точно 0,1 н раствора гипосульфита, пошедшее на титрование выделившегося иода.

2. Для приготовления 2,5 н раствора едкого натра вначале готовят 45%-ный раствор NaOH, дают в течение 10 дней осесть образовавшейся мути и из отстоявшегося раствора приготовляют точно 2,5 н раствор соответствующим разбавлением. Точность раствора проверяют титрованием HCl или H_2SO_4 в присутствии индикатора метилрот.

На 10 *мл* точно 2,5 н раствора NaOH должно пойти ровно 25 *мл* 1 н HCl или H_2SO_4; если кислоты идет на титрование больше или меньше, то концентрацию раствора едкого натра, соответственно уменьшают разбавлением водой или увеличивают прибавлением 45%-ного раствора едкого натра.

56. В спорных случаях содержание сахара в продуктах определяется по методу, описанному в п. 54.

Определение сахарозы

57. Берут пипеткой 50 *мл* фильтрата *А* в мерную колбу емкостью на 100 *мл*, прибавляют 5 *мл* концентрированной соляной кислоты (уд. в. 1,19) и раствор нагревают в водяной бане в течение 8 минут при температуре 68—70° по термометру, опущенному в испытуемый раствор.

После инверсии охлажденный раствор осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумажке, брошенной в колбу, приливая по капле 20%-ный раствор едкого натра, затем раствор охлаждают и доводят до объема в 100 *мл* дестиллированной водой.

Определение сахара производят после инверсии одним из описанных выше методов. При вычислениях учитывают произведенное при инверсии разбавление в два раза.

Количество сахарозы (X) в процентах к навеске вычисляется по формуле:

$$X = (A - B) \cdot 0{,}95,$$

где: A — количество сахара в процентах, полученное после инверсии,

B — количество инвертного сахара, найденное до инверсии,

0,95 — коэфициент пересчета на сахарозу.

Определение общего количества сахара

58. Содержание общего количества сахара находится вычислением как сумма количеств инвертного сахара и сахарозы после соответствующих определений.

Определение олова

59. Определение олова производится следующим образом:

а) Мокрое сжигание

Навеску в 40 *г* консерва, растертого до состояния однородной массы, помещают в колбу Кьельдаля емкостью в 500 *мл* или, при отсутствии таковой, в стакан, покрытый часовым стеклом, и обливают 100 *мл* концентрированной азотной кислоты.

Если продукт содержит много жира или сахара, навеску оставляют на ночь с азотной кислотой, в противном случае тот-

час же приливают малыми порциями при непрерывном взбалтывании 25 *мл* концентрированной серной кислоты.

По окончании образования пены колбу нагревают сначала осторожно на малом огне, а затем усиливают пламя (как только исчезнет опасность выбрасывания) и дают спокойно кипеть до начала потемнения раствора, после чего горелку отставляют и содержимому колбы дают несколько охладиться.

Затем в колбу прибавляют 5 *мл* концентрированной азотной кислоты и кипятят еще раз до начала потемнения раствора. Обработку азотной кислотой повторяют до тех пор, пока содержимое колбы не сделается совершенно бесцветным и прозрачным и не будет темнеть при 10-минутном кипячении.

После охлаждения в колбу прибавляют 25 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония и вновь кипятят до выделения паров серного ангидрида.

После окончательного охлаждения содержимое колбы Кьельдаля переносят в эрленмейеровскую колбу емкостью 500 *мл*. Колбу Кьельдаля тщательно ополаскивают 60 *мл* воды, которую прибавляют к основному раствору в эрленмейеровской колбе, в последнюю после охлаждения струей воды приливают 25 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19).

б) Сухое сжигание

В фарфоровой чашке диаметром 8—10 *см* отвешивают на техно-химических весах 25 *г* тщательно подготовленной пробы консерва, подсушивают на кипящей водяной бане и осторожно обугливают над пламенем горелки или в муфельной печи. Когда закончится выделение газов, нагревание усиливают и затем прокаливают до «серой золы».

По охлаждении к золе прибавляют 10 *мл* соляной кислоты (1:1), перемешивают стеклянной палочкой и, закрыв часовым стеклом, нагревают на водяной бане 15 мин.

Затем содержимое чашки разбавляют несколькими миллилитрами горячей дестиллированной воды, фильтруют раствор через небольшой бумажный беззольный фильтр в эрленмейеровскую колбу емкостью 500 *мл*. Обмывают фарфоровую чашку небольшим количеством воды, сливая ее на тот же фильтр, и раза 3—4 промывают фильтр с остатком горячей водой. Промывные воды собирают вместе с фильтратом в ту же колбу до общего объема приблизительно 75 *мл*.

Фильтр с остатком помещают в тигель и озоляют. Золу осторожно переносят в сухом виде из тигля в колбу Кьельдаля емкостью на 250 *мл*, прибавляют 25 *мл* крепкой серной

кислоты, смывая ею, а затем несколькими миллилитрами воды остатки золы в тигле и кипятят на голом огне до полного растворения осадка.

По охлаждении содержимое колбы количественно переносят в эрленмейеровскую колбу, содержащую солянокислый раствор золы, прибавляют 20 *мл* крепкой соляной кислоты и воды до общего объема приблизительно 150 *мл*.

в) Техника определения

Эрленмейеровскую колбу, содержащую раствор, приготовленный одним из вышеуказанных способов, закрывают каучуковой пробкой с двумя отверстиями, через одно из которых пропущена доходящая почти до дна колбы стеклянная трубка для CO_2, а в другое вставлена отводящая согнутая трубка, выступающая на 2 *см* ниже пробки.

Закрыв колбу, пропускают углекислый газ минут 5, затем, приподняв пробку, вносят 0,4 *г* алюминиевой пыли, снова закрывают колбу пробкой, продолжая пропускать углекислый газ. Через несколько минут, когда бурное выделение водорода ослабевает, колбу слабо нагревают на горелке.

Олово постепенно выпадает в виде губчатого осадка. Когда алюминий растворится и останется только олово, жидкость кипятят несколько минут до полного растворения олова.

После этого нагревание прекращают, усиливают ток углекислого газа и охлаждают колбу, осторожно погружая ее в холодную воду.

По охлаждении, ослабив ток углекислого газа и приподняв немного пробку, быстро при слабом взбалтывании жидкости вливают 25 *мл* 0,01 н раствора иода при помощи пипетки. Слегка обмывают над колбой кончик стеклянной трубки дистиллированной водой и, не разбавляя раствора, титруют избыток иода 0,01 н раствором гипосульфита, прибавив перед окончанием титрования 1 *мл* 0,5%-ного раствора крахмала.

Параллельно проводится холостой опыт при тех же количествах реактивов и в тех же условиях.

Разность между количествами миллилитров раствора гипосульфита, пошедшими при титровании холостого (a) и рабочего (b) опыта, соответствует количеству иода, пошедшего на окисление закисного олова. Умножают эту разницу на поправку гипосульфита (K), затем на 0,615 и на B (B при мокром сжигании равняется 25, при сухом сжигании рав-

няется 40), получают содержание олова (X) в миллиграммах на 1 *кг* продукта по формуле:

$$X = K(a - b) \cdot 0{,}615 \cdot B.$$

Примечания:

1. При фильтровании раствора золы после сухого сжигания лучше употреблять беззольные фильтры с синей полосой, так как через менее плотные фильтры иногда проходит осадок, могущий содержать нерастворившееся олово.
2. При пользовании методом сухого сжигания перед восстановлением олова прибавляют столько крепкой соляной кислоты, чтобы общее количество ее вместе с разбавленной (1:1) составляло 25 *мл*.
3. Навески алюминия рекомендуется заготовить в виде порошков в бумажках, удобных для хранения и быстрого внесения в колбу.
4. Раствор крахмала хорошо предохраняется от порчи добавлением 20 *г* чистого хлористого натра на 100 *мл* раствора.
5. При пользовании углекислотой, получаемой из мрамора в аппарате Киппа, углекислый газ необходимо пропускать предварительно через склянку Тищенко с крепким раствором сернокислой меди (для улавливания сероводорода), а затем через промывную склянку с водой или трубку с ватой.

60. В спорных случаях определение олова производят, применяя мокрое сжигание продукта.

Определение свинца

61. Определение свинца производится следующим образом:

Качественный метод

Навеску в 15 *г* высушивают в фарфоровом тигле на песчаной или воздушной бане, а затем обугливают на слабом огне. После охлаждения уголь размельчают и производят выщелачивание дестиллированной водой, один раз выщелачивают с подогреванием 5 *мл* воды, а остальные два раза также 5 *мл* воды, но без подогревания. Все три раза фильтруют в колбочку на 100 *мл* с притертой пробкой, а остаток (уголь) с фильтром переносят в тигель, где производилось первоначальное сжигание, и продолжают озоление на умеренном (около 500°) пламени. Золу обрабатывают несколькими каплями (так, чтобы смочить золу) концентрированной соляной кислоты и выпаривают на песчаной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают 4 *мл* 10%-ной HCl и доводят на горелке до кипения, затем фильтруют в колбочку, где находится раствор после выщелачивания, и смывают 21 *мл* воды (небольшими порциями), таким образом в колбочке получается концентрация 1%-ной соляной кислоты.

Если раствор после выщелачивания бывает щелочной, то его подкисляют 10%-ной HCl до слабокислой реакции, которую проверяют при помощи 1 капли метилоранжа.

Полученный раствор обрабатывают H_2S в течение 40—60 мин.

Выделившийся осадок сульфидов и серы отделяют центрифугированием (40 *мл* жидкости центрифугируют в три приема), обрабатывают при слабом нагревании 3—5 каплями 10%-ного раствора NaOH, разбавляют 10 *мл* воды и центрифугируют (при большем осадке обработку NaOH производят два раза). Обработку щелочью надо производить сейчас же после центрифугирования — отделения осадка сульфидов свинца, так как в противном случае может произойти окисление их и образование растворимого в щелочи свинца.

Затем полученный осадок сульфидов обрабатывают 5—10 каплями смеси крепкой серной и азотной кислот, взятых в равных количествах, и нагревают в пробирке на песчаной бане в течение 1—1,5 час., т. е. до полного удаления паров азотной кислоты и временного просветления жидкости. При этом сульфиды свинца (и меди) окисляются в сульфаты. После такой обработки на дно пробирки может выпасть белый осадок. Затем в пробирку добавляют 0,5—1 *мл* воды и такое же количество спирта (в случае выпадения значительного осадка количество миллилитров воды и спирта увеличивают в 3—5 раз).

Если раствор остается прозрачным, соли свинца считаются необнаруженными (сульфаты меди растворяются в 1 *мл* 40—50%-ного спирта). При появлении же в растворе мути или выпадении осадка ($PbSO_4$) производится следующее испытание.

Выпавший осадок или муть отделяют центрифугированием. Жидкость сливают. Оставшийся в пробирке осадок обрабатывают 1 *мл* насыщенного раствора уксуснокислого натрия, подкисленного крепкой уксусной кислотой, и после слабого нагревания разбавляют 1 *мл* воды и центрифугируют. К полученному прозрачному раствору добавляют $^1/_2$—1 *мл* 1%-ного раствора двухромовокислого калия ($K_2Cr_2O_7$). Появление мути желтого цвета, а после центрифугирования желтого осадка ($PbCrO_4$) укажет на присутствие свинца.

Примечания:

1. При обугливании сахаристых веществ чашку следует прикрывать кружком беззольного фильтра.

2. Вместо пропускания сероводорода можно применить приливание 10%-ного раствора химически чистого сернистого натрия ($Na_2S.9H_2O$).

Для этого на каждые 10 *мл* раствора золы в 1%-ной соляной кислоте добавляют 0,4 *мл* 10%-ной HCl, а затем по каплям столько же (0,4 *мл*) 10%-ного раствора сернистого натрия, закрывая колбочку и размешивая жидкость после каждой добавленной капли. Последние две капли сернистого натрия следует добавлять после 10—20 минут стояния колбочки с закрытой пробкой. Если по истечении 30 минут жидкость окрасится в коричневый цвет или выпадет осадок, или образуется муть, сосуд не надолго открывают и вновь закрывают, помещают в теплое место (40—60°) до полного выпадения осадка и обесцвечивания раствора.

Количественный метод

Для определения количества свинца осадок хромовокислого свинца ($PbCrO_4$), полученного при качественном определении (см. выше), растворяют в зависимости от величины его в 5—10 каплях 0,5 н раствора едкого натра (NaOH) и разбавляют водой точно до объема в 5 или 10 *мл* или более, если объем осадка значителен.

Определенную часть раствора (1—5 *мл*) переносят в пробирку, содержащую 5 *мл* 1%-ного раствора двухромовокислого калия ($K_2Cr_2O_7$), 5 капель уксусной кислоты и столько дестиллированной воды, чтобы вместе с приливаемым испытуемым раствором получить общий объем в 10 или 15 *мл*.

Тут же производится смешивание содержимого пробирки и спустя 10 мин. нефелометрирование, т. е. сравнивание полученной мутности с мутностью стандартных растворов, ранее, непосредственно перед нефелометрированием, приготовленных следующим образом: в 4 совершенно одинаковые пробирки, как и пробирка с испытуемым раствором, наливают по стольку капель 0,5 н раствора едкого натра, сколько их должно находиться в отмеряемом количестве испытуемого раствора, по 5 *мл* 1%-ного раствора $K_2Cr_2O_7$, по 5 капель крепкой уксусной кислоты и по стольку дестиллированной воды, сколько ее нужно, чтобы после добавления 1, 2, 3 и 4 *мл* стандартного раствора азотнокислого свинца получить общий объем жидкости в каждой пробирке равным 10 или 15 *мл*.

Содержимое каждой пробирки после добавления к ней стандартного раствора азотнокислого свинца немедленно размешивается.

Стандартный раствор должен быть свежеприготовленным и содержать в 1 *мл* 0,02 *мг* свинца (Pb). Этот раствор готовится путем разведения до 50 *мл* 1 *мл* раствора $Pb(NO_3)_2$, содержащего 1 *мг* свинца в 1 *мл* и приготовляемого растворением 160 *мг* азотнокислого свинца в 100 *мл* воды, подкисленной

1 каплей крепкой азотной кислоты. Процесс нефелометрирования состоит в сравнении мутности жидкости путем просмотра ее сверху на черном фоне и при боковом освещении.

Примерный расчет

Мутность испытуемого раствора слабее мутности раствора, содержащего 3 *мл*, и сильнее мутности раствора с 2 *мл* стандартного раствора, соответствуя приблизительно их средней величине, т. е. 2,5 *мл* стандартного раствора.

Для нефелометрирования было взято 2 *мл* из 5 *мл* всей испытуемой жидкости, полученной из 15 *г* навески. Следовательно в 1 *кг* образца содержится:

$$\frac{0{,}02 \cdot 2{,}5 \cdot 5 \cdot 1000}{2 \cdot 15} = \frac{25}{3} = 8{,}33$$ *мг* свинца (Pb) в 1 *кг* продукта.

Определение меди

62. Навеску в 50 *г* консерва, взятую на техно-химических весах в тигель или фарфоровую чашку, осторожно сжигают в муфельной печи или на горелке при температуре слабого каления.

После полного озоления обрабатывают золу 2—3 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,4), выпаривают досуха на песчаной бане. Как только выпаривание будет закончено, тигель или чашку снимают с песчаной бани во избежание излишнего прокаливания.

Обрабатывают остаток 3,5 *мл* концентрированной соляной кислоты (уд. в. 1,19), нагревают 5—10 мин. на водяной бане, горячей водой смывают на фильтр и фильтруют в небольшую эрленмейеровскую колбу. Промывают остаток на фильтре несколько раз горячей водой с таким расчетом, чтобы количество фильтрата в колбе было не более 50 *мл*.

Затем раствор в колбе нагревают до кипения и через него пропускают ток промытого сероводорода. Пропускание сероводорода продолжается до охлаждения жидкости (на что обычно требуется около получаса). Ток сероводорода прекращают, колбу закрывают пробкой и оставляют до полного отделения осадка.

Осадок выпавшей сернистой меди с небольшой примесью выделившейся серы отделяют на фильтре Шотта № 3 или № 4 или тигле Гуча и промывают сероводородной водой,

подкисленной соляной кислотой (сероводородная вода, содержащая на 100 *мл* 6—7 *мл* соляной кислоты, уд. в. 1,19). Фильтрование и последующее промывание производят с отсасыванием, используя для этого или поршневой воздушный насос системы Шинца или водоструйный насос.

Промывание заканчивают дестиллированной водой, и этот фильтрат проверяют на присутствие железа.

Реакцию на железо производят следующим образом: к небольшому количеству промывной воды прибавляют несколько капель азотной кислоты, после чего жидкость нагревают до кипения. Дав жидкости охладиться, прибавляют несколько капель крепкого раствора роданистого аммония. В случае появления красного или розового окрашивания осадок сернистой меди на фильтре вновь подвергают промыванию подкисленной сероводородной водой. После нескольких промываний подкисленной сероводородной водой осадок вновь промывают дестиллированной водой и с последней промывной водой опять производят реакцию на присутствие железа. Промывание осадка сернистой меди производят до полного удаления следов железа.

Хорошо промытый осадок сернистой меди растворяют на фильтре в горячей царской водке (смесь 1 объема концентрированной HNO_3 и 2 объемов концентрированной HCl).

К раствору прибавляют две капли серной кислоты, после чего раствор осторожно выпаривают на песчаной бане. При пользовании песчаной баней необходимо следить, чтобы выпаривание не переходило в прокаливание сухого остатка. Фарфоровая чашка при выпаривании раствора должна быть снята с песчаной бани тотчас, как только будет удалена вся жидкость. Сухой остаток представляет сернокислую медь.

Полученный остаток после выпаривания царской водки растворяют в дестиллированной воде и переводят в коническую колбу с притертой пробкой. Общий объем раствора в колбе должен быть не более 50 *мл*.

К раствору в колбе прибавляют 3 *г* иодистого калия, закрывают колбу пробкой и взбалтывают; после растворения иодистого калия выделившийся иод титруют 0,01 н раствором гипосульфита в присутствии крахмала.

Титр раствора гипосульфита по меди должен быть установлен отдельным определением посредством химически чистой перекристаллизованной сернокислой меди.

Для проверки чистоты реактивов проводят контрольное определение в тех же условиях, но без навески.

Количество меди в миллиграммах на 1 *кг* продукта вычисляют по формуле:

$$X = \frac{0{,}636.n.1000}{a},$$

где: n — число миллилитров раствора гипосульфита, пошедшее на титрование, с учетом контрольного опыта и поправки на точно 0,01 н раствор,

a — навеска, взятая для анализа.

Определение меди с помощью дитизона

63. В фарфоровую чашечку берут на техно-химических весах навеску в 20 *г* хорошо растертого консерва, подсушивают на кипящей водяной бане, прибавляют 2 *мл* концентрированной серной кислоты (уд. в. 1,84) и, обуглив навеску над пламенем горелки, осторожно озоляют в муфеле при слабокрасном калении.

К золе приливают 10 *мл* HCl (6 н), размешивают стеклянной палочкой и, закрыв чашку часовым стеклом, ставят на кипящую водяную баню. Через 15 мин. чашечку с бани снимают, прибавляют немного воды и содержимое ее фильтруют через бумажный беззольный фильтр (с красной полосой) в мерную колбу на 100 *мл*. Если заранее известно, что консерв содержит много меди, то следует для разведения пользоваться мерной колбой на 100 *мл*, если же известно, что консерв содержит мало меди (компоты), то следует брать колбу на 50 *мл*. Чашечку и фильтр тщательно обмывают горячей водой, которую сливают в мерную колбу, и затем раствор в колбе доводят до соответствующего объема.

К 10 *мл* этого раствора (или 5 *мл*, если консерв содержит меди более 10 *мг/кг*) прибавляют 0,5 *г* солянокислого гидроксиламина (или сернокислого гидразина) и раствор подогревают до кипения. После минутного кипячения раствор охлаждают, прибавляют к нему 13 *мл* HCl (6 н) и переносят в делительную воронку. Колбочку ополаскивают несколько раз дестиллированной водой, которая также сливается в делительную воронку. Объем раствора в воронке не должен превышать 30 *мл*.

К раствору в делительной воронке прибавляют 4 *мл* раствора дитизона (0,5 *мг/мл*) и хорошо встряхивают около 2 мин. Дают отстояться хлороформенному слою и сливают его в дру-

гую делительную воронку, в которую предварительно наливают 20 *мл* 0,1 н раствора аммиака. Встряхивают вторую воронку, и если после встряхивания хлороформенный слой окажется красным или фиолетовым, то к жидкости, находящейся в первой воронке, снова приливают 2—4 *мл* раствора дитизона и еще раз встряхивают раствор около 1 мин.

Эту хлороформенную вытяжку присоединяют к первой вытяжке, находящейся в другой воронке, и соединенный хлороформенный раствор встряхивают.

Экстрагирование дитизоном повторяют до тех пор, пока смешанные хлороформенные растворы после промывания во второй делительной воронке все той же порцией 0,1 н раствора аммиака останутся зелеными. После этого хлороформенный раствор сливают в освободившуюся первую делительную воронку (предварительно обмытую дистиллированной водой) и производят подобное промывание 0,1 н раствором аммиака (по 50 *мл* каждый раз) до тех пор, пока водный слой не будет бесцветным. Затем дитизонат таким же приемом последовательно промывают 20 *мл* 2%-ного раствора H_2SO_4, 50 *мл* 0,1 н аммиака и, наконец, 20 *мл* 1%-ного раствора H_2SO_4.

После полного разделения слоев в делительной воронке отверстие крана осторожно заполняют раствором дитизоната, шейку воронки тщательно вытирают (досуха) с помощью жгутика фильтровальной бумаги и хлороформенный слой осторожно (во избежание помутнения раствора) сливают в сухой мерный цилиндр емкостью на 25 *мл* с притертой пробкой. К водному раствору в воронке прибавляют несколькими порциями чистый сухой хлороформ и после некоторого отстаивания сливают его в тот же мерный цилиндр. Раствор в цилиндре доводят сухим хлороформом до 25 *мл* и, закрыв цилиндр пробкой, хорошо перемешивают.

Полученный описанным способом дитизонат меди сравнивают в колориметре со стандартным дитизонатом меди, установленным неподвижно на 20 *мм*. Количество найденной меди вычисляют по формуле:

$$X = \frac{c \cdot hc \cdot v \cdot 1000}{hx \cdot b \cdot a},$$

где: X — количество меди в миллиграммах на 1 *кг* продукта,

c — количество миллиграммов меди, взятое для приготовления стандартного дитизоната,

h_c — высота столба стандартного раствора,

h_x — высота столба испытуемого раствора,

v — объем раствора золы в миллилитрах,

b — количество миллилитров раствора золы, взятого для определения,

a — навеска вещества в *г*.

При точном соблюдении указаний данной методики и приготовлении стандартного раствора формула упрощается и имеет следующий вид:

$$X = \frac{v \cdot 10}{b \cdot h_x}.$$

Из полученного таким образом количества меди вычитают величину, найденную при холостом определении, проведенном в тех же условиях, с теми же реактивами и посудой.

Примечания:

1. Вся посуда перед употреблением должна тщательно обрабатываться хромовой смесью и споласкиваться дестиллированной водой.

2. Все реактивы, как и дестиллированная вода, должны быть очищены от меди. Это достигается перегонкой из стеклянной посуды $CHCl_3$, NH_3, HCl, HNO_3 и H_2SO_4. Вода также, в случае загрязнения медью, подвергается двойной дестиллации. После перегонки следует титрованием определять концентрации HCl, HNO_3 и H_2SO_4.

3. Стандартный раствор готовится из перекристаллизованной $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ с расчетом, что 1 *мл* раствора содержит 0,001 *мг* меди.

4. Раствор дитизона в хлороформе приготовляют следующим образом: 0,1 *г* дитизона растворяют в 25 *мл* хлороформа и встряхивают в делительной воронке с 25 *мл* 1 н раствора аммиака два раза. Соединенные аммиачные вытяжки (50 *мл*) подкисляют соляной кислотой (10 *мл* 6 н раствора HCl) и встряхивают с 25 *мл* хлороформа. Повторяют встряхивание с новыми 25 *мл* хлороформа. Соединенные хлороформенные вытяжки (50 *мл*) промывают водой до исчезновения кислой реакции по метилрот и доводят в цилиндре хлороформом до 200 *мл*. Подобную очистку повторяют еще раз. Таким образом получают раствор, содержащий 0,5 *мг* дитизона в 1 *мл*. Раствор дитизона должен храниться в темной склянке.

5. Стандартный дитизонат меди. К 10 *мл* стандартного раствора $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (0,001 *мг/кг*) прибавляют 1 *мл* HCl (6 н) и 0,5 *г* гидроксиламина, кипятят 1 мин., охлаждают, прибавляют 13 *мл* HCl (6 н) и переносят в делительную воронку. Затем приготовление дитизоната производится точно по указанной в примечании 4 методике. Полученный в конечном результате дитизонат меди является стандартным и служит для колориметрирования. Для каждой серии определений следует приготовлять новый стандартный раствор, так как через два дня раствор начинает темнеть.

Определение меди в томатопродуктах

64. В большой фарфоровый тигель (или фарфоровую чашку) диаметром 8—10 *см* помещают взвешенную на технохимических весах навеску в 50 *г* испытуемого продукта. Ставят тигель на песчаную баню, подсушивают навеску и затем осторожно сжигают и прокаливают в муфельной печи до полного озоления.

Золу растворяют в разбавленной азотной кислоте (1 : 3) и выпаривают досуха на песчаной бане, затем добавляют 2—3 *мл* 10%-ной соляной кислоты и снова выпаривают досуха, избегая сильного прокаливания.

Остаток обрабатывают при нагревании 3 *мл* крепкой уксусной кислоты с 10 *мл* дестиллированной воды. Содержимое тигля (или чашки) переносят в стакан, смывая тигель (или чашку) несколько раз небольшими количествами воды с таким расчетом, чтобы жидкости для титрования было не больше 50 *мл*.

К раствору прибавляют 5 *г* однометаллического фосфата натрия и после его растворения проверяют полноту осаждения железа прибавлением 2—3 капель 10%-ного раствора роданистого аммония. Затем прибавляют 3 *г* иодистого калия.

Выделяющийся иод титруют 0,01 н раствором гипосульфита при сильном взбалтывании и с добавлением крахмала в качестве индикатора.

Расчет содержания меди в продукте производится по такой же формуле, как и при определении меди по методу, описанному в п. 62.

Примечания:

1. При приготовлении однометаллического фосфата натрия растворяют двуметаллический фосфат натрия (Na_2HPO_4) в возможно меньшем количестве воды. К раствору медленно добавляют концентрированную фосфорную кислоту до тех пор, пока проба на образование осадка в растворе хлористого бария не даст отрицательный результат, затем выпаривают и оставляют для кристаллизации.

2. При испытании томато-продуктов, к которым добавлена соль, следует процесс сжигания вести с повторным выщелачиванием соли во избежание потерь.

3. Перед каждой серией определений необходимо делать холостое титрование, проводя его так же, как указано выше, но без навески.

65. В спорных случаях определение меди производится по методу, описанному в п. 62.

Определение нитритов

66. Количественное определение нитритов производится по методу Грисса.

Реактивы

а) Основной стандартный раствор азотистокислого натрия. 0,15 *г* химически чистого $NaNO_2$ растворяют в одном литре дестиллированной воды. 25 *мл* полученного раствора разбавляют дестиллированной водой в мерной колбе до объема 500 *мл*, 1 *мл* этого раствора содержит 0,0075 *мг* нитрита натрия.

б) Раствор сульфаниловой кислоты. 0,5 *г* сульфаниловой кислоты ($C_6H_4NH_2SO_3H$) растворяют в 150 *мл* 12%-ной уксусной кислоты.

в) Уксуснокислый раствор α-нафтиламина. 0,2 *г* α-нафтиламина ($C_{10}H_7NH_2$) кипятят с 20 *мл* воды, фильтруют и прибавляют к фильтрату 180 *мл* 12%-ной уксусной кислоты.

г) Реактив Грисса. Смешивают равные объемы двух вышеприведенных («б» и «в») растворов. В случае появления розовой окраски реактив Грисса взбалтывают с небольшим количеством цинковой пыли и фильтруют. Раствор хранят в темном месте.

Примечания:

1. Когда количество определений небольшое, то для смешивания следует брать небольшое количество растворов.

2. Допускается пользование сухим реактивом Грисса: 1 *г* α-нафтиламина, 10 *г* сульфаниловой кислоты и 89 *г* виннокаменной кислоты смешивают в ступке. При надобности приготовляют из смеси 10%-ный раствор.

Техника определения

10 *г* подготовленного к анализу консерва обливают в стакане 100 *мл* дестиллированной воды и смесь настаивают в течение 40 мин. с периодическим взбалтыванием ее через каждые 10 мин. Во время настаивания стакан должен быть покрыт чистым стеклом. После настаивания раствор фильтруют через бумажный фильтр.

Берут 5 и 15 *мл* фильтрата в две мерные колбочки емкостью по 100 *мл* и разбавляют водой приблизительно до 80 *мл*.

Одновременно с приготовлением испытуемого раствора готовят стандартный раствор следующим образом: 15 *мл* основного стандартного раствора, содержащего в 1 *мл*

0,0075 *мг* нитрита, разбавляют дестиллированной водой приблизительно до 80 *мл* в мерной колбе емкостью 100 *мл*.

Затем во все колбы с вытяжкой и стандартным раствором прибавляют 15 *мл* реактива Грисса и доводят объем каждого раствора до 100 *л*.

Через 15 минут после прибавления раствора Грисса сравнивают интенсивность окраски стандартного раствора с окраской того испытуемого раствора, который ближе подходит по интенсивности к окраске стандартного раствора в колориметре Дюбоска или в цилиндрах Генера.

Вычисление производят по формуле:

$$X = \frac{0{,}001125 \cdot h \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{H \cdot a \cdot b},$$

где: X — количество нитрита натрия в *мг*/процентах,
h — высота столба стандартного раствора,
H — высота столба испытуемого раствора,
a — количество миллилитров испытуемого раствора (5 или 15 *мл* вытяжки),
b — навеска испытуемого продукта.

Определение температуры плавления желе в мясных консервах

67. Температура плавления желе в мясных консервах определяется с помощью фузиометра Камбона, состоящего из небольшого, слегка конического латунного тигля весом точно 7 *г* (верхний диаметр 17 *мм*, нижний 15 *мм*, высота 22 *мм*, толщина дна 3 *мм*), металлического или стеклянного стержня или цилиндра диаметром 8 *мм*, термометра и стакана.

Испытуемые консервы до вскрытия помещают в воду с температурой +40° и выдерживают в течение 30 минут. После этого банку быстро вскрывают и сливают желе через марлю в небольшой химический стакан.

Металлический или стеклянный стержень ставят на дно тигля фузиометра Камбона и последний доверху наполняют раствором испытуемого желе.

Тигель с желе выдерживают при температуре 10—12° в течение 1 часа и затем переносят в стакан, наполненный на $^3/_4$ объема водой с температурой около 15°. Стержень с прикрепленным к нему тиглем и термометр подвешивают на общем штативе так, чтобы тигель и шарик термометра на-

ходились в воде. Поверхность воды должна касаться краев тигля. Шарик термометра — на уровне дна тигля на расстоянии 0,5 *см*. Установив стакан на водяной бане, начинают медленно нагревать в ней воду, повышая температуру в стакане приблизительно на 1° в 3 мин.

Точкой плавления желе является температура, которая наблюдается по термометру в момент падения тигля на дно стакана.

Определение спирта

68. 10 *г* продукта или 10 *мл* сока переносят с помощью 125 *мл* воды в перегонную колбу емкостью на 300—500 *мл*, соединенную посредством грушевидной насадки с холодильником Либиха, к которому прикреплен форштосс. Перегонную колбу нагревают и отгоняют спирт в мерную колбу емкостью на 100 *мл*, ведя отгонку до тех пор, пока приемная колба наполнится до метки.

В маленькую коническую колбочку наливают 10 *мл* 0,2 н раствора $K_2Cr_2O_7$, 5 *мл* концентрированной H_2SO_4 и прибавляют по каплям при постоянном взбалтывании 10 *мл* отгона, предварительно тщательно перемешанного.

Накрывают колбочку часовым стеклом и нагревают на асбестовой сетке в течение 10 мин., избегая бурного кипения. Затем переносят смесь, смывая колбочку и часовое стекло с помощью 300 *мл* воды, в большую коническую колбу, вносят в нее 1 *г* иодистого калия, закрывают колбу пробкой и оставляют стоять 2 мин.

Выделившийся иод титруют 0,1 н раствором гипосульфита.

В конце титрования прибавляют в качестве индикатора 5—6 капель 1%-ного раствора крахмала. Титрование считают законченным, когда синеватая окраска раствора переходит в светлозеленую.

Если при нагревании смеси она окрашивается в зеленый цвет или если на титрование уходит меньше 8 *мл* гипосульфита, отгон разбавляют и повторяют определение.

Количество спирта (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = 0{,}00115 \cdot (AK - BP) \cdot 100,$$

где: A — число миллилитров 0,2 н раствора $K_2Cr_2O_7$,

K — коэфициент пересчета на точно 0,1 н раствор $K_2Cr_2O_7$,

B — число миллилитров раствора гипосульфита, пошедшее на титрование,

P — коэфициент пересчета на точно 0,1 н раствор $Na_2S_2O_3$.

Примечание. Для установки титра $Na_2S_2O_3$ желательно пользоваться тем же раствором $K_2Cr_2O_7$. В коническую колбу наливают 10 *мл* 0,2 н раствора $K_2Cr_2O_7$, 5 *мл* концентрированной H_2SO_4, прибавляют 1 *г* KJ, закрывают колбу пробкой и оставляют стоять 2 мин. Затем приливают 300 *мл* воды и титруют раствором гипосульфита.

Определение бензойной кислоты

69. На аналитических весах отвешивают в стаканчике 5 *г* подготовленного для анализа продукта с точностью до 0,001 *г*.

Навеску тщательно, без потерь, переносят при помощи 120 *мл* дестиллированной воды в перегонную колбу емкостью на 300 *мл*, подкисляют 5 *мл* 10%-ной серной кислоты, прибавляют в колбу небольшое количество дробленой пемзы и 40 *г* чистой поваренной соли.

Перегонную колбу закрывают пробкой, в которую вставлен каплеуловитель, соединяющийся посредством короткой каучуковой трубки со стеклянной трубкой диаметром 0,5 *см*. Последняя вставляется через пробку в одно из колен U-образной трубки, отверстие другого колена U-образной трубки также закрывается пробкой, через которую проходит стеклянная трубка длиной 20 *см* и диаметром 0,5 *см*. U-образная трубка, являющаяся приемником, имеет высоту 20 *см* и диаметр 2 *см*, кроме того она имеет три шарообразных расширения, одно из которых находится по середине трубки в самой нижней ее части, а два других расположены симметрично несколько выше среднего шарика.

В U-образную трубку вносят через одно из ее отверстий 1,5 *мл* 1 н раствора едкого натра и столько воды, чтобы уровень жидкости в U-образной трубке доходил только до верхних шариков. U-образную трубку погружают в баню с насыщенным раствором хлористого натрия.

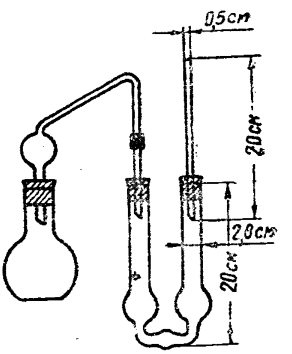

Рис. 2

Перегонную колбу нагревают на асбестовой сетке до кипе-

ния, одновременно нагревают до кипения и баню, в которую погружена приемная трубка. Баня во все время определения поддерживается при температуре кипения.

Добавленную в перегонную колбу поваренную соль растворяют при нагревании и ведут интенсивную отгонку в течение 12—15 мин. до выпадения в большом количестве кристаллов поваренной соли. Перегоняющаяся бензойная кислота улавливается щелочным раствором в U-образной трубке.

После выпадения кристаллов хлористого натрия в перегонной колбе нагревание прерывают, содержимое U-образной трубки переводят в химический стакан с носиком.

В перегонную колбу снова добавляют дестиллированную воду в количестве, равном испарившемуся во время перегонки.

В освобожденную U-образную трубку вводят 1 *мл* 1 н раствора едкого натра, небольшое количество воды и снова отгоняют бензойную кислоту в течение 12—15 мин.

Второй отгон из U-образной трубки присоединяют к первому отгону, ополаскивают трубку небольшим количеством дестиллированной воды, сливая все в тот же стаканчик.

Жидкость в стаканчике выпаривают на водяной бане до 20 *мл*, затем охлаждают до 40—50° и окисляют несколькими каплями насыщенного раствора перманганата до появления неисчезающего розового окрашивания.

Избыток перманганата удаляют несколькими каплями насыщенного раствора бисульфита натрия.

Затем прибавляют 5 *мл* 10%-ного раствора серной кислоты, насыщенного хлористым натрием (в случае наличия бурого осадка прибавляют по каплям раствор бисульфита), и жидкость помещают в делительную воронку емкостью на 200 *мл* с отрезанной отводной трубкой. В воронку вводят 25 *мл* смеси равных количеств этилового и петролейного эфира и взбалтывают 3 мин. Отстоявшуюся в течение 3 мин. жидкость отделяют от эфира.

Эфир промывают 2 *мл* воды, промывную воду и отделенную от эфира жидкость снова помещают в другую делительную воронку и повторно экстрагируют два раза одинаковыми количествами эфира. Все собранные эфирные вытяжки помещают в делительную воронку, промывают 5 *мл* воды и взбалтывают с 1 *мл* 1 н раствора едкого натра в течение 2 мин.

После 3 мин. стояния щелочной раствор отделяют от эфира в пробирку высотой 16 *см* и диаметром 2,5 *см*. Конец отводной трубки делительной воронки за краном промывается небольшим количеством дестиллированной воды.

Эфирную вытяжку повторно точно так же выщелачивают 3 раза, каждый раз 2 *мл* 0,1 н раствора едкого натра, и промывают 5 *мл* дестиллированной воды путем встряхивания в делительной воронке. Щелочные вытяжки и промывную воду, собранные в пробирке, помещают в стакан с кипящим насыщенным раствором поваренной соли. Вытяжку выпаривают до появления совершенно сухих кристаллов бензойнокислого натра на дне пробирки.

К хорошо высушенному остатку прибавляют 0,1 *г* азотнокислого калия, 1 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,84), встряхивают пробирку и помещают в кипящую водяную баню на 20 мин. По истечении этого времени охлаждают, добавляют 2 *мл* дестиллированной воды и осторожно приливают 10 *мл* 15%-ного раствора аммиака. Затем туда же вливают 2 *мл* 2%-ного раствора солянокислого гидроксиламина и после осторожного перемешивания помещают в стакан с нагретой до 65° водой на 5—6 мин.

Охлаждают и сравнивают полученный окрашенный раствор со стандартным раствором в колориметре Генера. Высоту слоя стандартного раствора устанавливают выливанием части жидкости до одинаковой интенсивности окрашивания с анализируемым раствором.

Стандартный раствор готовят одновременно в процессе ведения анализа. Берут три пробирки таких же размеров, как было указано выше, и в каждую из них вносят пипеткой точно 5 *мл* раствора бензойнокислого натрия (0,080 *г* химически чистой бензойной кислоты растворяют в 10 *мл* 0,1 н едкого натра и доводят в мерной колбе объем до 100 *мл*). В каждой пробирке содержится 4 *мг* бензойной кислоты.

Раствор выпаривают досуха погружением пробирок в кипящий раствор поваренной соли.

Прибавляют в каждую пробирку 0,1 *г* азотнокислого калия, 1 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,84). После этого пробирки встряхивают и помещают в кипящую водяную баню на 20 мин. По истечении этого времени охлаждают, добавляют 2 *мл* дестиллированной воды и осторожно приливают 10 *мл* 15%-ного раствора аммиака. Затем туда же вливают 2 *мл* 2%-ного раствора солянокислого гидроксиламина и после осторожного перемешивания помещают в стакан с нагретой до 65° водой на 5—6 мин. и затем охлаждают. Сливают жидкость всех пробирок в одну и принимают последнюю за стандартную. Пользоваться стандартными растворами можно в течение 3—4 час.

Процентное содержание бензойной кислоты в продукте определяют по табл. 3 на основании полученного отсчета объема стандартного раствора, соответствующего по интенсивности окрашивания испытуемому раствору.

Таблица 3

Объем стандартного раствора в *мл*	Процентное содержание бензойной кислоты в продукте	Объем стандартного раствора в *мл*	Процентное содержание бензойной кислоты в продукте
5	0,027	16	0,085
6	0,032	17	0,091
7	0,037	18	0,095
8	0,043	19	0,100
9	0,048	20	0,107
10	0,053	21	0,112
11	0,059	22	0,117
12	0,064	23	0,123
13	0,069	24	0,128
14	0,075	25	0,133
15	0,080		

Примечание. Колориметрирование испытуемого раствора можно производить также в колориметре Дюбоска, в один из цилиндров которого берется приготовленный указанным способом стандартный раствор, а в другой цилиндр—испытуемый раствор.

Расчет процентного содержания бензойной кислоты в таком случае производят по формуле:

$$X = \frac{h_1 \cdot 0{,}004 \cdot 20}{h_2},$$

где: h_1 — высота столба стандартного раствора,
h_2 — соответствующая ей высота столба испытуемого раствора,
0,004 — количество *г* бензойной кислоты, содержащейся в 15 *мл* стандартного раствора,
20 — коэфициент пересчета количества бензойной кислоты на 100 *г* испытуемого продукта.

Определение общего количества сернистого ангидрида в сульфитированных плодо-ягодных полуфабрикатах

70. В фарфоровую чашку берут навеску в 5 *г* измельченной пробы. Смывают навеску возможно меньшим количеством воды в коническую колбу на 200 *мл*, туда же вносят 25 *мл* нормального раствора щелочи (едкого кали или натра). Колбу закрывают, взбалтывают и оставляют стоять на 15 мин.

Затем прибавляют 10 *мл* раствора серной кислоты (1:3), 1 *мл* раствора крахмала и титруют при взбалтывании 0,01 н раствором иода до появления неисчезающей в течение нескольких секунд синей окраски. Расчет производится по формуле:

$$X = \frac{(b - c) \cdot 0{,}00032 \cdot 100}{a},$$

где: X — содержание сернистого ангидрида в %%,
b — число миллилитров точно 0,01 н раствора иода, пошедшее на титрование сульфитированного продукта,
c — число миллилитров точно 0,01 н раствора иода, израсходованное на титрование воды и реактивов (контрольное титрование).
a — навеска испытуемого продукта в *г*.

Определение общего количества сернистого ангидрида в готовых продуктах

(Варенье, повидло, джем и др. из сульфитированных полуфабрикатов)

71. Испытуемый материал в количестве 20 *г* помещают в колбу Эрленмейера емкостью на 250 *мл*, приливают 50 *мл* дестиллированной воды и 5 *мл* сиропообразной фосфорной кислоты.

Колбу закрывают резиновой пробкой с проходящей через нее стеклянной трубкой, посредством которой колба соединена с верхним концом небольшого, вертикально поставленного холодильника. Нижний конец трубки холодильника соединен со стеклянной трубкой с оттянутым концом, которая погружена в небольшую колбочку, содержащую 5 *мл* 3%-ного раствора перекиси водорода, предварительно точно нейтрализованного раствором щелочи.

Колбу с испытуемым материалом помещают на сетку и нагревают до кипения, перегонку ведут при сильном кипении точно 5 мин., считая от начала кипения. Колбочку с отгоном оставляют, заменяя ее другой, с раствором нейтрализованной перекиси водорода.

Через 2—3 мин. оба отгона, содержащие серную кислоту, соединяют вместе и титруют 0,01 н раствором щелочи в присутствии 2—3 капель двухцветного индикатора бромфенолблау или бромтимолблау.

Содержание сернистого ангидрида вычисляют по формуле:

$$X = a \cdot 0{,}00032 \cdot 5,$$

где: X — содержание SO_2 в %%,
a — число миллилитров точно 0,01 н раствора NaOH, пошедшее на титрование отгона.

Примечание. Описанный метод применим только для продуктов, не подвергшихся брожению, ввиду возможного наличия в продуктах, подвергшихся брожению, летучих кислот.

Определение твердых минеральных примесей (песка)

72. В высокий стакан емкостью 500—600 *мл* вносят навеску в 100 *г* измельченного испытуемого продукта. Если присутствие минеральных примесей резко выражено (ощущается на зубах), то можно ограничиться навеской в 50 *г*.

Стакан доливают водой почти доверху, стеклянной палочкой энергично размешивают его содержимое и оставляют стоять до тех пор, пока верхняя половина жидкости в стакане станет свободной от главной массы взмученного продукта.

Когда это достигнуто, отмучивание производят под водопроводным краном, для чего последний соединяют при помощи каучуковой трубки со стеклянной трубкой, имеющей по середине шарообразное расширение и заканчивающейся внизу узким отверстием в 1—2 *мм*. В шарообразное расширение вкладывают кусочек ваты в качестве фильтра (для улавливания могущих попасть вместе с водопроводной водой случайных загрязнений). Ток воды устанавливают такой силы, чтобы сосуд емкостью в 2 *л* наполнился водой в 8—10 мин. Когда соответствующий ток воды установлен, под кран подставляют стакан, в который производят отмучивание, погрузив в него стеклянную трубку на $^1/_4$ его высоты.

Обычно через 20—30 мин. отмучивание заканчивается, на дне остается осевший песок и илистые частицы, а вода над осадком становится совершенно прозрачной. Ее осторожно сливают, чтобы не взмутить осадок. Последний отфильтровывают через беззольный фильтр, сжигают, прокаливают и взвешивают. Количество твердых минеральных примесей в испытуемом продукте выражают в процентах с точностью до 0,01%.

Определение концентрации соляных растворов (рассолов)

73. Крепость рассола определяется ареометром по удельному весу.

В хорошо вымытый сухой или сполоснутый испытуемым рассолом стеклянный цилиндр, диаметр которого должен

быть в 2—3 раза больше диаметра утолщенной части ареометра, осторожно, во избежание образования пены, наливают испытуемый рассол, доведенный до температуры 20°, при которой производится определение удельного веса. Темперирование (доведение температуры рассола до 20°) не обязательно при пользовании таблицей поправок на температуру.

Осторожно опускают в цилиндр чистый и сухой ареометр, градуированный по удельному весу. После того, как ареометр примет устойчивое положение, по нижнему мениску отсчитывают его показание с точностью до третьего десятичного знака; отсчет производят так, чтобы глаз наблюдателя находился в одной горизонтальной плоскости с поверхностью жидкости.

Во время определения необходимо строго следить, чтобы ареометр не прикасался к стенкам цилиндра. Соответственно удельному весу рассола по табл. 4 находят количество поваренной соли в процентах.

Определение удельного веса фруктово-ягодных соков и экстрактов

74. Определение удельного веса фруктово-ягодных соков и экстрактов производится при помощи ареометра, градуированного при температуре 20°/4° или 20°/20°.

При определении удельного веса применяется та же техника, как и при определении концентрации рассола.

Показания ареометра для фруктово-ягодных соков могут быть переведены на процентное содержание сухих веществ по прилагаемой табл. 5.

75. В спорных случаях определение удельного веса (а по нему и сухих веществ) фруктово-ягодных соков производится при помощи пикнометра.

Калибровка пикнометра

На аналитических весах взвешивают чистый, сухой пикнометр, который затем наполняют до метки дестиллированной водой. Для установления требуемой температуры воды (20°) пикнометр помещают в сосуд с водой так, чтобы в воду была погружена возможно большая часть пикнометра.

Таблица 4

Зависимость между удельным весом (при 20°) и процентным содержанием поваренной соли в растворе

Удельный вес	Поваренной соли в %
1,0053	1
1,0125	2
1,0196	3
1,0268	4
1,0340	5
1,0413	6
1,0486	7
1,0559	8
1,0633	9
1,0707	10
1,0782	11
1,0857	12
1,0933	13
1,1009	14
1,1085	15
1,1162	16
1,1241	17
1,1319	18
1,1398	19
1,1478	20
1,1559	21
1,1640	22
1,1722	23
1,1804	24
1,1888	25
1,1972	26

Таблица 5

Зависимость между удельным весом и процентным содержанием сухих веществ

Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах	Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах
1,0121	1,0103	3,1	1,0205	1,0187	5,2
1,0125	1,0107	3,2	1,0209	1,0191	5,3
1,0129	1,0111	3,3	1,0213	1,0195	5,4
1,0133	1,0115	3,4	1,0217	1,0199	5,5
1,0137	1,0119	3,5	1,0221	1,0203	5,6
1,0141	1,0123	3,6	1,0225	1,0207	5,7
1,0145	1,0127	3,7	1,0229	1,0211	5,8
1,0149	1,0131	3,8	1,0233	1,0215	5,9
1,0153	1,0135	3,9	1,0237	1,0219	6,0
1,0157	1,0139	4,0	1,0241	1,0223	6,1
1,0161	1,0143	4,1	1,0245	1,0227	6,2
1,0165	1,0147	4,2	1,0249	1,0231	6,3
1,0169	1,0151	4,3	1,0253	1,0235	6,4
1,0173	1,0155	4,4	1,0257	1,0239	6,5
1,0177	1,0159	4,5	1,0261	1,0243	6,6
1,0181	1,0163	4,6	1,0265	1,0247	6,7
1,0185	1,0167	4,7	1,0269	1,0251	6,8
1,0189	1,0171	4,8	1,0273	1,0255	6,9
1,0193	1,0175	4,9	1,0277	1,0259	7,0
1,0197	1,0179	5,0	1,0281	1,0263	7,1
1,0201	1,0183	5,1	1,0285	1,0267	7,2

Продолжение

Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах	Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах
1,0289	1,0271	7,3	1,0375	1,0357	9,4
1,0294	1,0275	7,4	1,0380	1,0361	9,5
1,0298	1,0279	7,5	1,0384	1,0365	9,6
1,0302	1,0283	7,6	1,0388	1,0369	9,7
1,0306	1,0287	7,7	1,0392	1,0373	9,8
1,0310	1,0291	7,8	1,0396	1,0377	9,9
1,0314	1,0295	7,9	1,0400	1,0381	10,0
1,0318	1,0299	8,0	1,0404	1,0386	10,1
1,0322	1,0303	8,1	1,0409	1,0390	10,2
1,0326	1,0308	8,2	1,0413	1,0394	10,3
1,0330	1,0312	8,3	1,0417	1,0398	10,4
1,0334	1,0316	8,4	1,0421	1,0402	10,5
1,0338	1,0320	8,5	1,0425	1,0406	10,6
1,0343	1,0324	8,6	1,0429	1,0410	10,7
1,0347	1,0328	8,7	1,0433	1,0415	10,8
1,0351	1,0332	8,8	1,0438	1,0419	10,9
1,0355	1,0336	8,9	1,0442	1,0423	11,0
1,0359	1,0340	9,0	1,0446	1,0427	11,1
1,0363	1,0344	9,1	1,0450	1,0431	11,2
1,0367	1,0349	9,2	1,0454	1,0435	11,3
1,0371	1,0353	9,3	1,0459	1,0440	11,4

Продолжение

Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах	Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах
1,0463	1,0444	11,5	1,0560	1,0541	13,8
1,0467	1,0448	11,6	1,0564	1,0545	13,9
1,0471	1,0452	11,7	1,0568	1,0549	14,0
1,0475	1,0456	11,8	1,0573	1,0553	14,1
1,0480	1,0460	11,9	1,0577	1,0558	14,2
1,0484	1,0465	12,0	1,0581	1,0562	14,3
1,0488	1,0469	12,1	1,0585	1,0566	14,4
1,0492	1,0473	12,2	1,0589	1,0570	14,5
1,0496	1,0477	12,3	1,0594	1,0575	14,6
1,0501	1,0481	12,4	1,0598	1,0579	14,7
1,0505	1,0486	12,5	1,0603	1,0583	14,8
1,0509	1,0490	12,6	1,0607	1,0587	14,9
1,0513	1,0494	12,7	1,0611	1,0592	15,0
1,0517	1,0498	12,8	1,0615	1,0596	15,1
1,0522	1,0502	12,9	1,0620	1,0600	15,2
1,0526	1,0507	13,0	1,0624	1,0605	15,3
1,0530	1,0511	13,1	1,0628	1,0609	15,4
1,0534	1,0515	13,2	1,0633	1,0612	15,5
1,0539	1,0519	13,3	1,0637	1,0617	15,6
1,0543	1,0524	13,4	1,0641	1,0622	15,7
1,0547	1,0528	13,5	1,0646	1,0626	15,8
1,0551	1,0532	13,6	1,0650	1,0630	15,9
1,0556	1,0536	13,7	1,0654	1,0635	16,0

Продолжение

Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах	Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах
1,0659	1,0639	16,1	1,0759	1,0739	18,4
1,0663	1,0643	16,2	1,0763	1,0743	18,5
1,0667	1,0648	16,3	1,0768	1,0748	18,6
1,0672	1,0652	16,4	1,0772	1,0752	18,7
1,0676	1,0656	16,5	1,0777	1,0757	18,8
1,0680	1,0661	16,6	1,0781	1,0761	18,9
1,0684	1,0665	16,7	1,0785	1,0766	19,0
1,0689	1,0669	16,8	1,0790	1,0770	19,1
1,0693	1,0674	16,9	1,0794	1,0774	19,2
1,0698	1,0678	17,0	1,0799	1,0779	19,3
1,0702	1,0682	17,1	1,0803	1,0783	19,4
1,0706	1,0687	17,2	1,0807	1,0787	19,5
1,0711	1,0691	17,3	1,0812	1,0792	19,6
1,0715	1,0695	17,4	1,0816	1,0796	19,7
1,0719	1,0700	17,5	1,0821	1,0801	19,8
1,0724	1,0704	17,6	1,0825	1,0805	19,9
1,0728	1,0708	17,7	1,0830	1,0810	20,0
1,0733	1,0713	17,8	1,0834	1,0814	20,1
1,0737	1,0717	17,9	1,0839	1,0818	20,2
1,0741	1,0721	18,0	1,0843	1,0823	20,3
1,0746	1,0726	18,1	1,0848	1,0827	20,4
1,0750	1,0730	18,2	1,0852	1,0832	20,5
1,0755	1,0735	18,3	1,0856	1,0836	20,6

Продолжение

Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах	Удельный вес 20°/20°	Удельный вес 20°/4°	Содержание сухих веществ в весовых процентах
1,0861	1,0841	20,7	1,0960	1,0940	22,9
1,0865	1,0845	20,8	1,0965	1,0944	23,0
1,0870	1,0850	20,9	1,0969	1,0949	23,1
1,0874	1,0854	21,0	1,0974	1,0953	23,2
1,0879	1,0859	21,1	1,0978	1,0958	23,3
1,0883	1,0863	21,2	1,0983	1,0962	23,4
1,0888	1,0868	21,3	1,0987	1,0967	23,5
1,0892	1,0872	21,4	1,0992	1,0971	23,6
1,0897	1,0877	21,5	1,0997	1,0976	23,7
1,0901	1,0881	21,6	1,1001	1,0981	23,8
1,0905	1,0886	21,7	1,1006	1,0985	23,9
1,0910	1,0890	21,8	1,1010	1,0990	24,0
1,0915	1,0895	21,9	1,1015	1,0994	24,1
1,0919	1,0899	22,0	1,1020	1,0999	24,2
1,0924	1,0904	22,1	1,1024	1,1003	24,3
1,0928	1,0908	22,2	1,1029	1,1008	24,4
1,0933	1,0913	22,3	1,1033	1,1013	24,5
1,0937	1,0917	22,4	1,1038	1,1017	24,6
1,0942	1,0922	22,5	1,1043	1,1022	24,7
1,0946	1,0926	22,6	1,1047	1,1026	24,8
1,0951	1,0931	22,7	1,1052	1,1031	24,9
1,0956	1,0935	22,8	1,1056	1,1036	25,0

Вода в сосуде должна иметь температуру +20° (измеряется термометром с делениями на 0,1° или 0,2°). При этой температуре пикнометр выдерживают до тех пор, пока уровень мениска не перестанет изменяться (около 20—30 мин.). Уровень воды в пикнометре устанавливается по верхнему мениску. Избыток воды отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой с ровно обрезанными краями, свернутой в тонкую трубочку; горлышко внутри вытирают папиросной бумагой, свернутой в трубочку. После этого пикнометр тщательно вытирают снаружи стиранной чистой и сухой льняной тканью и взвешивают.

В капиллярных пикнометрах выступающую из капилляра воду снимают фильтровальной бумагой.

Техника определения

Чистый сухой пикнометр наполняют соком или экстрактом. Темперирование (доведение температуры сока или экстракта до 20°), установление мениска, вытирание и взвешивание пикнометра при этом производится точно так же, как и при калибровке пикнометра.

Удельный вес сока или экстракта (d) рассчитывают по формуле:

$$d = \frac{c-a}{b-a},$$

где: a — вес пустого пикнометра,
b — вес пикнометра с водой,
c — вес пикнометра с соком или экстрактом.

По удельному весу фруктово-ягодных соков находят содержание сухих веществ в данном соке по табл. 5.

Определение прозрачности соков и экстрактов и осадка в фруктово-ягодных экстрактах

76. В мерный цилиндр на 100 *мл* наливают 100 *мл* экстракта в 10-кратном разбавлении и оставляют стоять 2 часа, после чего определяют прозрачность раствора и величину образовавшегося осадка в миллилитрах (в процентах по объему).

Для определения прозрачности сока в мерный цилиндр на 100 *мл* наливают 100 *мл* испытуемого сока и определяют его прозрачность.

Проба на желе

77. В стандартную медную луженую кастрюлю отвешивают 100 *г* пюре и 100 *г* сахарного песка. Кастрюля имеет вид усеченного конуса, обращенного меньшим сечением книзу. Диаметр верхнего открытого сечения ее 115 *мм*, диаметр дна 75 *мм* и высота 70 *мм*. Вес кастрюли заранее определяют. Содержимое кастрюли тщательно перемешивают, подогревают на пламени горелки, при перемешивании доводят до кипения и выдерживают в состоянии кипения на сильном огне (не прекращая размешивания) в течение 15 мин., ведя счет времени с момента начала кипения.

По истечении этого времени кастрюлю с ее содержимым быстро взвешивают на технических весах (с точностью до 1 *г*) для проверки выхода. Момент окончания варки узнается по образованию на поверхности массы тонкоскладчатой пленки, а также по отставанию массы от стенок кастрюли.

Выход сваренной массы должен быть равен 165 *г*.

В случае превышения веса нетто против 165 *г* варку ведут еще некоторое время для дополнительного уваривания и достижения указанного веса. При получении меньшего веса опыт повторяют, не допуская переваривания. Сваренную массу без задержки разливают в мармеладные керамические формы или на гладкую поверхность в виде круглых лепешек размерами 20—30 *мм* в диаметре. С момента розлива ведут счет времени для установления продолжительности желирования и проверяют на ощупь качество студня: на упругость, на отлип, на легкость выборки его из формы и способность сохранять форму.

Нормальная способность желирования пюре при этих условиях характеризуется продолжительностью желирования в 15—20 мин., т. е. через 15—20 мин. после розлива сваренная масса должна давать студень, отвечающий по своим физическим свойствам указанным выше требованиям.

В случае густого яблочного пюре с содержанием сухих веществ свыше 13—14% в начале варки для лучшего растворения сахара и в целях устранения пригара (а также для ускорения гидролиза протопектина) добавляют небольшое количество (10—12 *мл*) воды и время варки соответственно удлиняется для достижения конечного выхода в 165 *г*.

Примечание. При получении отрицательного результата пробы на желе следует повторить пробную варку, добавив лимонной или винокаменной кислоты из расчета, чтобы общая кислотность продукта после варки была 0,5—0,7%, считая на соответствующую кислоту.

Проба на пат

78. В стандартную медную кастрюлю (см. п. 77) отвешивают 100 *г* пюре и 125 *г* сахара. Вес кастрюли заранее определяют. Содержимое кастрюли тщательно перемешивают, подогревают кастрюлю на пламени горелки или на электрической плитке с сильным нагревом; при перемешивании доводят содержимое кастрюли до кипения и кипятят до тех пор, пока температура не поднимется до 108°. Затем кастрюлю с ее содержимым быстро взвешивают на технических весах (с точностью до 1 *г*) для проверки выхода. Термометр предварительно вынимают, счищая с него приставшую массу о края кастрюли.

Выход сваренной массы должен быть 170 *г*. В случае превышения веса нетто против 170 *г* варку ведут еще некоторое время для дополнительного уваривания и достижения указанного веса. При получении меньшего веса опыт повторяют, не допуская переваривания.

Сваренную массу выливают на гладкую, чистую и сухую поверхность в виде круглых лепешек диаметром 20—30 *мм*.

Проба считается удовлетворительной, если кружки сваренного пата не будут заметно темнеть по сравнению с исходным материалом, будут легко сниматься, сохраняя свою форму, и не будут тянучими и липкими с верхней стороны.

Примечание. При получении отрицательного результата пробы на пат следует повторить пробную варку, добавив лимонной или виннокаменной кислоты из расчета, чтобы общая кислотность пата была 0,9—1,1%, считая на соответствующую кислоту.

Определение ферропримесей (железа) в сушеных овощах

79. Навеску средней пробы испытуемого продукта в 500 *г* раскладывают на стекле или белой глянцевой бумаге слоем толщиной в 2—3 *см* и извлекают ферропримеси, проводя при перемешивании пробы 3—5 раз сильным магнитом грузоподъемностью не менее 12 *кг* (лучше электромагнитом подковообразной формы).

Прилипшие к магниту частицы металла ссыпаются после каждой проводки на листок белой глянцевой бумаги. В случае употребления электромагнита снятие частиц с полюсов после выключения тока, питающего электромагнит, не представляет затруднений.

При употреблении обыкновенного магнита полюсы последнего можно предварительно обернуть тонкой папиросной бумагой, которую после проводки снимают вместе с частицами металла.

После первой обработки магнитом ту же навеску высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—110° до состояния, при котором продукт легко измельчается в фарфоровой ступке фарфоровым пестиком или на фарфоровой шаровой мельнице. Измельченную навеску раскладывают на стекле или на белой глянцевой бумаге слоем толщиной в 2—3 *см* и обрабатывают магнитом или электромагнитом так же, как и первый раз.

Все извлеченные из навески при первой и второй обработке магнитом ферропримеси ссыпают на часовое стекло и взвешивают на аналитических весах.

Количество ферропримесей выражают в миллиграммах на 1 *кг* продукта.

Определение зараженности вредителями сушеных овощей и фруктов

Способ отбора

80. Из средней пробы берут 250 *г* продукта и рассыпают тонким слоем на темную бумагу или стекло, положенное на темную бумагу, и осматривают 1—2 мин., не трогая продукта. Если будут замечены выползшие или мертвые насекомые, то их отбирают в пробирку, затем пробу тщательно перебирают пинцетом и все, что будет обнаружено из относящегося к вредителям (взрослые насекомые, личинки, коконы, экскременты крупных насекомых, явно поврежденные насекомыми частицы продукта и т. п.), также складывают в пробирку.

После такого осмотра продукт просеивают через сито с диаметром ячеек в 1,5 *мм*, полученный отсев осматривают под лупой с увеличением в 5—10 раз для выяснения, нет ли в нем клещей и экскрементов мелких насекомых.

Если пробы были взяты и перевозились в холодную погоду (ниже+10°), то их необходимо выдержать в течение суток в теплом помещении при температуре от 15 до 25° и только после этого подвергать испытанию.

Отобранные насекомые и клещи определяют по видам и подсчитывают их количество. Полученные данные пересчитывают на 1 *кг* продукта.

Пример расчета. В навеске продукта в 250 *г* было обнаружено: 2 жука малого хрущака, 1 бабочка южной огневки, 10 мучных клещей и 7 личинок суринамского мукоеда. Все это надо умножить на 4. Следовательно в 1 *кг* пробы сушеных овощей или фруктов было обнаружено 8 жуков малого хрущака, 4 бабочки южной огневки, 40 мучных клещей и 28 личинок суринамского мукоеда.

Обязательно отмечают, сколько экземпляров вредителей было обнаружено живыми и мертвыми, а также виды и количество вредителей, обнаруженных при предварительном осмотре тары и продукта на месте взятия пробы.

В тех случаях, когда проба была отобрана от партии продукта, подвергавшегося обработке газовыми средствами и дегазации, указывают дату проведения такой операции.

Определение при помощи электрического теплового прибора П. К. Чернышова

81. Электрический тепловой прибор (см. рис. 3) состоит из следующих частей:

а) конуса, имеющего диаметр верхней части 21 *см* и отверстие в нижней части диаметром в 2 *см*; сбоку в стенке конуса на расстоянии 2,5 *см* от верхнего края имеется отверстие диаметром в 2 *см* с припаянным к нему коротким патрубком для пробки с термометром;

б) колпака, укрепленного на конусе двумя зажимами: высота колпака 20 *см*, верхний его диаметр 10 *см*, отверстие в верхней части колпака 4,5 *см*; на колпаке в верхней части припаяна жестяная полоска в виде буквы «П» с отверстием диаметром 1 *см* по середине, полоска над колпаком возвышается на 6 *см*;

в) сита диаметром 20 *см* с бортами высотой 3,5 *см*, диаметр отверстий сита 3 *мм*; сито вдвигается в прибор между конусом и колпаком;

г) электрического шнура, проходящего через отверстие П-образной полоски и через отверстие в верхней части колпака, с патроном и электролампой в 100 ватт, находящимися внутри колпака; расстояние между лампочкой и поверхностью продукта на сите регулируется закреплением зажима в верхней части П-образной полоски;

д) прибор укреплен на ножках, непосредственно припаянных к верхней части конуса или обручу, в который вставляется конус; длина ножек такова, чтобы расстояние

между поверхностью стола и нижним отверстием конуса было 5 *см*;

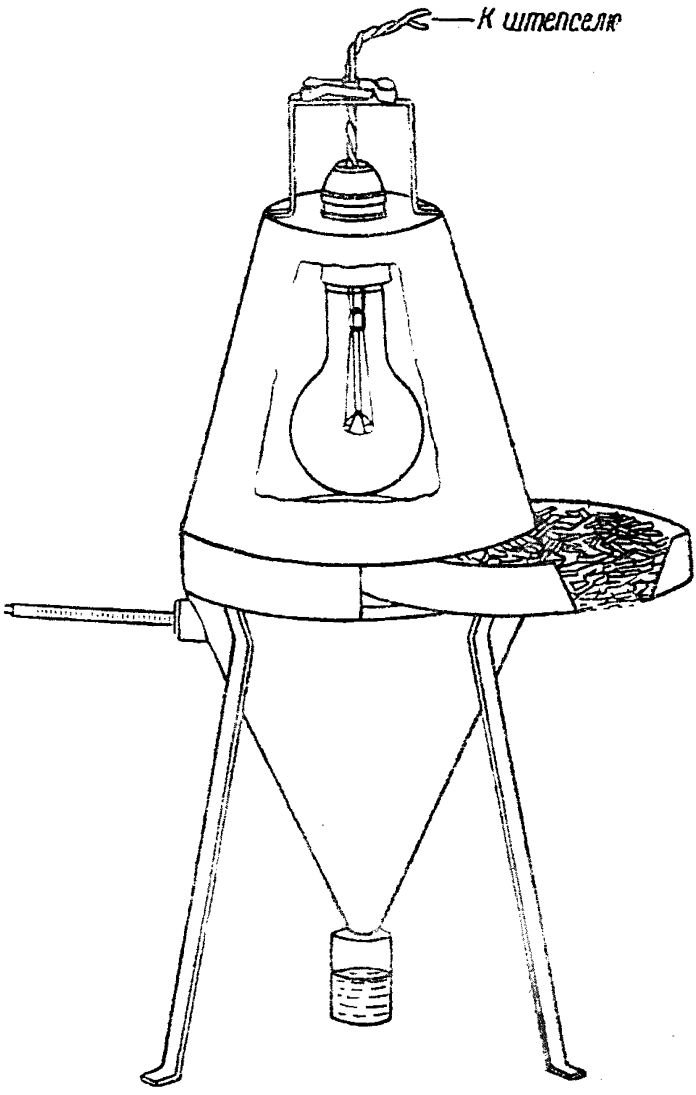

Рис. 3

е) прибор изготовляется из белой жести, ножки из обручного железа;

ж) при необходимости одновременного анализа нескольких проб прибор может быть изготовлен из трех, шести или большего количества камер.

Техника определения. Испытанию подвергают не менее 250 *г* средней пробы. Если на одном сите помещается менее 250 *г* продукта при слое в 3 *см*, то остальную часть помещают в другое сито.

Определение зараженности продукта вредителями производят следующим образом:

а) расстояние между нитью электрической лампы и поверхностью продукта устанавливают в 7 *см*; при слишком быстром повышении температуры это расстояние увеличивают, при медленном уменьшают;

б) продукт помещают на сетку слоем не выше 3 *см* и вдвигают ее в прибор;

в) под нижнее отверстие конуса подставляют чашку Петри, бюксу или стаканчик с 45—50%-ным спиртом, молочной кислотой слабой концентрации или 1—2%-ным раствором формалина слоем около 3 *мм*;

г) прибор включают в электрическую сеть;

д) повышение температуры после включения в электросеть прибора должно происходить таким образом, чтобы через 20 минут она была не выше 34°. В конце экспозиции температура не должна превышать 42°;

е) через 45 минут определение заканчивают. Вредителей рассматривают под лупой, определяют по видам и подсчитывают, как и при способе отбора (см. п. 80).

Определение при помощи керосинового теплового прибора П. К. Чернышова

82. Керосиновый прибор (см. рис. 4) состоит из обогревательной камеры и 4 воронок для одновременного анализа 4 проб продукта. Обогревательная камера представляет собой колпак, установленный над примусом. В верхней части колпака прикреплены металлические патрубки, предназначенные для отвода горячего воздуха в полые крышки воронок. В нижней части колпака имеется бортик с продолговатыми отверстиями, через которые проходит воздух к горелке примуса. Высота колпака соответствует общей высоте воронки.

Каждая воронка состоит из:

а) конуса высотой 25 *см*, имеющего отверстие в нижней части, диаметром 2 *см*; сбоку в стенке конуса на расстоянии 2,5 *см* от верхнего края имеется отверстие диаметром в 2 *см* с припаянным к нему коротким патрубком для пробки с термометром;

б) цилиндра высотой 4,5 *см*, нижняя часть которого припаяна к широкой части конуса; верхняя часть цилиндра представляет собой полую крышку, к нижней части которой с внутренней стороны припаяна жестяная полоска шириной 1,5 *см*; расстояние между нижней и верхней частями полой крышки 1,5 *см*; полая крышка в стороне, обращенной

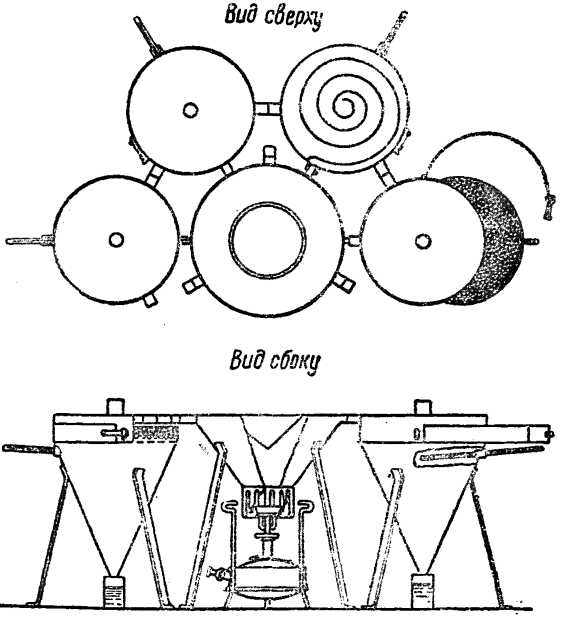

Рис. 4

к обогревательной камере, имеет отверстие с коротким патрубком диаметром 1,5 *см*, короткий патрубок полой крышки надвигается на короткий патрубок обогревательной камеры, откуда горячий воздух поступает в полую крышку и выходит наружу через верхнее отверстие диаметром 3 *см*, имеющее регулирующую задвижку; боковая часть цилиндра под полой крышкой остается открытой для вдвигания сита с пробой продукта;

в) сита диаметром 24 *см* с отверстиями в 3 *мм* и бортами 3 *см*, плотно вдвигаемого на конус под полую крышку;

г) воронки и обогревательная камера укреплены на ножках, непосредственно прикрепленных к верхней части конуса или к обручу, в который вставляется воронка. Длина ножек такова, чтобы расстояние между поверхностью стола и нижним отверстием конуса было 5 *см*.

Техника определения. Испытанию подвергают не менее 250 *г* средней пробы. Если на одном сите помещается менее 250 *г* продукта, то вследствие необходимости иметь непосредственный контакт продукта с полой крышкой навеска увеличивается до заполнения второго сита.

Определение зараженности вредителями продукта производят следующим образом:

а) воронки своими патрубками в полых крышках соединяются с соответствующими патрубками в обогревательной камере, установленной над примусом;

б) под нижнее отверстие воронки подставляется чашка Петри, бюкса или стаканчик с 45—50%-ным спиртом, молочной кислотой слабой концентрации или 1—2%-ным раствором формалина слоем около 3 *мм*;

в) сита, наполненные до краев испытуемым продуктом, вдвигаются в цилиндры воронок;

г) повышение температуры после помещения в прибор наполненного сита должно происходить таким образом, чтобы через 20 минут она была не выше 34°, а в конце экспозиции не должна превышать 42°;

д) через 45 минут определение заканчивают. Вредителей рассматривают под лупой, определяют по видам и подсчитывают, как и при способе отбора (см. п. 80).

МЕТОДЫ БАКТЕРИОЛОГИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ БАНОЧНЫХ КОНСЕРВОВ

Термостатная выдержка

83. Отобранные для бактериологического анализа банки тщательно промывают чистой теплой водой (швы протирают щеткой), проверяют на герметичность и выдерживают в термостате при 37° в течение 5 суток. По истечении срока термостатной выдержки банки охлаждают до комнатной температуры и подвергают внешнему осмотру.

При наличии вздутия крышки или донышка, не опадающего при нажиме пальцами или снова восстанавливающегося после нажима (или передающегося на другой конец), банка считается бомбажной. Это отмечается в протоколе анализа.

Вскрытие банок

84. Вскрытие банок для анализа производят в специально приспособленных для проведения стерильных работ боксах (комнатах). Стены, пол и все предметы оборудования стерильной комнаты должны быть покрашены масляной краской и должны быть доступны для протирания чистой влажной тряпкой. Воздух в боксе (комнате) должен быть совершенно свободен от пыли.

Для очистки воздуха от пыли пульверизируют стерильную воду или пускают пар из специально подведенного для этого паропровода или из парообразователя.

85. Вскрытие банки производят с помощью острого пробойника—копья, поперечное сечение режущей части которого в расширенной части представляет собой ромб с диагоналями в 1×1,5 *см*.

86. Перед вскрытием консервные банки тщательно протирают спиртом. Верхнюю крышку подготовленной таким образом банки обжигают (сверху) пламенем газовой горелки или пламенем горящей ваты, смоченной спиртом и зажатой пинцетом.

87. На обожженную крышку банки кладут кусок смоченной спиртом стерильной ваты и зажигают ее. К центру крышки под горящую вату подводят острие предварительно обожженного пробойника, направляя его под углом в 35—40° по отношению к крышке, и небольшим усилием руки прокалывают ее. Затем, не отнимая пробойника, отверстие в крышке расширяют путем осторожного углубления и одновременного вращения копья. Отверстие должно быть расширено до 1—1,5 *см* в диаметре. После этого пробойник убирают и отверстие в крышке закрывают горящей ватой или накрывают банку предварительно простерилизованной половинкой чашки Петри.

88. Тотчас после вскрытия из банки берут пробы для посевов. После взятия пробы для бактериологического исследования банки вскрывают обычным консервным ножом (предварительно простерилизованным). Содержимое банки органолептически исследуют для определения запаха, цвета и других показателей. Затем банку закрывают стерильной половинкой чашки Петри и хранят до окончания исследования консервов.

89. При анализах консервов в заводских лабораториях хранение вскрытых банок после посева не обязательно. При обнаружении бесспоровых микробов в этом случае производят дополнительный анализ банок, взятых из той же авто-

клавоварки в количестве не менее одной штуки на 500 банок. Все банки, взятые для дополнительного анализа, сохраняют до получения результатов анализа и, если наличие бесспоровых микробов подтвердится, все банки проверяют на герметичность по п. 102 настоящего стандарта.

Техника отбора проб для посевов

90. Пробы содержимого банки для посева берут с помощью стерильных стеклянных трубочек с внутренним диаметром около 0,8 *см* и закрытых с одного конца ватной пробкой. Для каждого отдельного посева берут не менее 1 *г* содержимого банки для аэробных культур и не менее 5 *г* для анаэробных. В каждой пробе должно быть захвачено некоторое количество жидкой части консерва (бульон, заливка и т. п.) и твердых его частей (кусочки мяса, фарша, оболочки и т. п.).

91. Непосредственно перед посевом проверяют стерильность трубок. Для этого трубку промывают стерильным мясопептонным бульоном путем 2—3-кратного засасывания его из пробирки; после промывания трубки бульон остается в той же пробирке. Эта пробирка выдерживается в термостате вместе с посевами из банки и служит контрольной на стерильность. Наличие роста микроорганизмов в контрольной пробирке ставит под сомнение все другие посевы.

Аэробные посевы

92. Для аэробных посевов в качестве питательной среды применяют мясопептонный бульон (в пробирках) с 1,0% глюкозы (МПБ) со слабощелочной реакцией (pH 7,2—7,4). Из каждой банки засевают не менее 2 пробирок.

93. Засеянные пробирки помещают в термостат с температурой 37° на 5—6 суток и ежедневно наблюдают за появлением роста микроорганизмов (образование пленки, помутнение бульона, выделение пузырьков газа и т. п.).

94. Культуры из проросших пробирок исследуют под микроскопом и в мазках с окраской по Граму.

При обнаружении бесспоровых грамм-отрицательных бактерий производят высев на мясопептонный агар с глюкозой (1%) и на твердую элективную среду агар Эндо, Дригальского или Климмера в чашках Петри, а также в конденсационную жидкость в пробирку с косым агаром.

В протоколе анализа отмечают наличие или отсутствие роста в аэробных посевах, внешние признаки роста (см. п. 93) и признаки самих микроорганизмов (палочки, кокки, спорообразование и отношение к окраске по Граму).

Примечания:

1. При наличии в посевах бесспоровых палочек или кокков банку подвергают дополнительному испытанию на герметичность (см. п. 102 настоящего стандарта).

2. При обнаружении в посевах микробов группы кишечной палочки вопрос о реализации консервов решается в порядке, установленном в действующей инструкции о порядке химико-технического и бактериологического контроля консервов.

Анаэробные посевы

95. Анаэробные посевы производят в 2 большие пробирки (диаметр 15—18 *мм*, высота 250 *мм*) с высоким слоем бульона (по Тароцци) под слоем вазелинового масла.

Непосредственно перед посевом среды прогревают в течение 25 минут в кипящей водяной бане и затем быстро охлаждают до комнатной температуры.

Примечание. Все среды для посевов должны быть предварительно проверены на стерильность путем термостатной выдержки их при 37° в течение 3—4 суток.

96. Обе засеянные пробирки помещают в термостат при 37° и наблюдают за развитием культуры. При отсутствии роста посевы выдерживают до 10 суток. После инкубации культуры исследуют под микроскопом в окрашенных по Граму мазках.

97. В случае обнаружения ракетообразных палочек в мазках из анаэробных посевов заводские лаборатории дальнейших исследований не производят, а должны пробирки запаять или залить смолкой и передать их в кустовую или научно-исследовательскую лабораторию. Последняя производит биологическую пробу и дополнительные исследования на bac. botulinus по пп. 98, 99 и 100 настоящего стандарта.

98. Из посева, в котором обнаружены ракетообразные палочки, делают высев в 0,5% агар, содержащий 1% глюкозы, в трубки Вейона или в узкие (15×1 *см*) пробирки высоким столбиком. Посев в высокий агар производят с помощью пастеровской пипетки с оттянутым и заплавленным концом в расплавленный и остуженный до 45° глюкозный агар одно-

временно в 6 или 8 пробирок, переходя последовательно из одной пробирки в другую с целью разведения культуры. Засеянные пробирки немедленно охлаждают и помещают на 3—4 дня в термостат.

Для выделения отдельных, подозрительных на bac. botulinus колоний из пробирок или трубок Вейона, последние надпиливают на уровне намеченной колонии и разламывают. Выделенную из высокого агара или из трубки Вейона колонию пересевают в бульон Тароцци и мясопептонный бульон. Полученную культуру изучают по морфологическим признакам, а также на токсигенные и серологические свойства.

99. Из бульонных посевов через 6 суток после появления роста пастеровской пипеткой отсасывают 2—3 *мл* исследуемой культуры и фильтруют через стерильный тальковый фильтр. По 0,5 *мл* полученного фильтрата вводят под кожу двум мышкам. 1 *мл* фильтрата смешивают с 0,6 *мл* поливалентной антиботулинической сыворотки, оставляют стоять в течение 1 часа при комнатной температуре и по 0,5 *мл* смеси вводят под кожу двум мышкам. Если первые две мышки пали в течение 1—4 дней, а вторые остались живыми, присутствие токсина ботулизма считается доказанным. Если же опыт неясен (мышки переболели, но не погибли), то опыт повторяют с той же культурой 10—12-дневной давности.

100. Для определения серологических свойств производят реакцию агглютинации с культурами, полученными путем пересева колоний из высокого агара или из трубок Вейона в мясопептонный бульон. Реакцию агглютинации производят в небольших пробирках (10×0,8 *см*). Для каждой пробы берут 8 пробирок. В 7 пробирок наливают по 0,5 *мл* агглютинирующей сыворотки, разведенной в физиологическом растворе в следующих отношениях: для первой пробирки 1:100, для второй 1:200, для третьей 1:400 и т. д., седьмая пробирка таким образом будет иметь разведение 1:6400. В восьмую пробирку наливают 0,5 *мл* физиологического раствора.

В каждую пробирку вносят пастеровской пипеткой 4—6 капель 1—2-дневной хорошо проросшей бульонной культуры. Смесь слегка взбалтывают и ставят на два часа в термостат при 37°. Образование хлопьев или осадка в нескольких первых пробирках при отсутствии этого в контрольной восьмой пробирке указывает на наличие bac. botulinus.

Для вторичного рассмотрения пробирки оставляют на 24 часа при комнатной температуре. Пробы ставят каждый раз с двумя агглютинирующими поливалентными сыворотками типа А и типа В отдельно.

Исследование бомбажных банок

101. В случае необходимости анализа бомбажных банок, полученных в результате термостатной выдержки в соответствии с п. 83 настоящего стандарта, помимо соблюдения изложенного выше порядка исследования (см. пп. 84—97), по окончании посевов производят биологическую пробу на присутствие токсина ботулизма непосредственно в содержимом банки.

Биологическую пробу из банки производят в том же порядке, который указан в пп. 98, 99 и 100.

Примечание. Исследование бомбажных банок производится только в кустовых или научно-исследовательских лабораториях.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ПРОВЕРКА ГЕРМЕТИЧНОСТИ ЖЕСТЯНЫХ БАНОК

102. Все банки, в которых обнаружено при исследовании посевов присутствие бесспоровых бактерий, дополнительно проверяют на герметичность. Для этого банку освобождают от ее содержимого, внутри ее тщательно промывают горячей водой, ополаскивают небольшим количеством смеси равных объемов спирта с эфиром и снова ополаскивают чистой водой. Очищенную таким образом банку запаивают, пользуясь следующим приемом: на отверстие в крышке банки накладывают заранее вырезанный из жести кружок подходящего диаметра и герметически припаивают его к крышке. Запаянную банку проверяют на герметичность согласно п. 26 настоящего стандарта.

Результаты испытания отмечаются в протоколе анализа.

ПИТАТЕЛЬНЫЕ СРЕДЫ ДЛЯ БАКТЕРИОЛОГИЧЕСКОГО АНАЛИЗА БАНОЧНЫХ КОНСЕРВОВ

Мясопептонный бульон

103. Освобожденное от костей, жира и сухожилий говяжье или конское мясо пропускают через мясорубку и обливают холодной водопроводной водой из расчета 1 *л* воды на 500 *г* мяса. Оставляют стоять на 4 часа, затем медленно нагревают до кипения и кипятят 10—15 минут. Допускается также упрощенный способ: мясо с водой кипятят на голом огне 1,5 часа или нагревают в автоклаве при 120° в течение одного часа.

Затем жидкость отцеживают через полотно, сюда же отжимают весь сок из вареного мяса, нейтрализуют содой, прибавляют 5 *г* поваренной соли и 20 *г* пептона на 1 *л* и нагревают 20 минут в автоклаве при 120°. Полученный бульон фильтруют через бумажные фильтры, разливают в чистую посуду (колбы, пробирки) и стерилизуют при 120° в течение 20 минут.

Если при фильтровании получается мутный бульон, то его перед фильтрованием осветляют белком. Для этого на каждый литр бульона берут белок одного куриного яйца, предварительно смешанный и взболтанный с 50 *мл* воды, прибавляют к охлажденному бульону и нагревают при 100° в течение 30 минут. После нагревания фильтруют.

Мясопептонный бульон с глюкозой (МПБ-глюк)

104. К мясопептонному бульону, нагретому в автоклаве (перед фильтрованием), прибавляют 10 *г* глюкозы на 1 *л*. Проверяют реакцию, нагревают до 100°, фильтруют и стерилизуют. pH такого бульона должен быть не выше 7,2—7,4.

Среда Тароцци

105. В большую пробирку вносят сырой мясной фарш или кусочки вареной печенки с таким расчетом, чтобы высота слоя была не менее 1,5—2 *см*, заливают 45—50 *мл* мясопептонного бульона с 1% глюкозы (pH 7,4—7,8) и вазелиновым маслом. Стерилизуют в автоклаве при 120° в течение 30 минут.

Среда Эндо

106. К 100 *мл* мясопептонного бульона добавляют 30 *г* агар-агара, варят в автоклаве 45 мин. при 1 *атм*, подщелачивают и фильтруют. К фильтрату добавляют 10 *г* лактозы, разливают в колбы по 100 *мл* и стерилизуют при 100° (3 раза по 20 мин.).

Перед употреблением к 100 *мл* готового расплавленного агара добавляют смесь из 1 *мл* насыщенного спиртового раствора основного фуксина и 2,5—3,0 *мл* 10%-ного раствора сернистокислого натрия. После размешивания полученную среду разливают в чашки Петри. После охлаждения агар Эндо должен иметь светлорозовую окраску.

Среда Дригальского

107. К 100 *мл* расплавленного агара прибавляют 1,5 *г* лактозы и 13 *мл* лакмусовой настойки. Дробно стерилизуют

(3 раза по 20 мин.) текучим паром. Цвет среды фиолетово-серый. Кишечная палочка дает мутные колонии красного цвета, паратифозная —синие прозрачные колонии.

Среда Климмера (видоизмененная)

108. В состав среды входит 10 *г* пептона, 10 *г* лактозы, 50 *г* свежей бычьей желчи, 20 *г* агара, 10 *мл* 1,5%-ного спиртового раствора бромтимолблау (индикатор) в 1 *л* дестиллированной воды; pH среды—6,8. Готовится среда следующим образом: к дестиллированной воде прибавляют пептон и желчь, устанавливают реакцию, добавляют агар, нагревают до растворения его и фильтруют. Затем добавляют лактозу и индикатор, разливают по колбам и стерилизуют при 120° в течение 20 минут.

Цвет готовой среды бутылочно-зеленый. При изменении реакции в щелочную среда переходит в голубой цвет, а при подкислении—в оранжевый и желтый. Колонии Coli commune окрашены в оранжевый цвет, колонии Coli aerogenes значительно крупнее, чем Coli commune, слизистой консистенции и окрашены от светлооранжевого до желтого цвета.

Полужидкий агар для трубок Вейона

109. Готовится из мясопептонного бульона с 1% глюкозы и 0,5% архангельского или 2—2,5% одесского агара. Стерилизуют при 100° три раза по 20 мин., последовательно через 1 сутки.

Микробиологический анализ томатных продуктов

(Томат-паста, томат-пюре, кетчуп, сок)

110. Микробиологический анализ проб томатных продуктов производят по методу Говарда-Стефенсона путем прямого счета под микроскопом плесеней, дрожжей и бактерий.

При анализе по методу Говарда необходимы следующие приборы: микроскоп с подвижным столиком и оптическими системами, с увеличением в 100, 180, 500 и 600 раз, счетная камера Тома-Цейса, камера Говарда, покровные стекла к камерам, стеклянные банки с притертыми пробками.

Счет плесеней

Определение количества плесеней производят в камере Говарда.

Препарат для счета плесеней в камере Говарда готовят следующим образом.

Камеру и покровное стекло к ней тщательно протирают чистой, смоченной спиртом тканью. Исследуемую пробу тщательно перемешивают, и если продукт имеет густую консистенцию, как например, томат-паста, то его предварительно разбавляют вдвое водой по весу.

Примечание. При отсутствии камеры Говарда счет плесеней производят с помощью камеры Тома-Цейса, исследуя не менее 4 препаратов.

В центр камеры с помощью ножа или скальпеля вносят каплю подготовленной пробы и накрывают покровным стеклом таким образом, чтобы материал равномерно распределялся по центральному стеклу камеры и в то же время не попал в желобок ее.

Счет плесеней производят под микроскопом с увеличением около 90 раз при диаметре поля зрения около 1,380 *мм* не менее чем в двух препаратах. При этом в каждом препарате просматривают, передвигая препарат по 25 полей зрения, и одновременно ведут счет тех полей, в которых встречаются гифы плесневых грибков. В счет принимают поля, в которых находится хотя бы одна гифа длиной не менее $^1/_6$ части диаметра поля зрения.

Количество полей, в которых обнаружены гифы плесени, делят на число всех просмотренных полей зрения, умножают на 100 и таким образом получают процент полей зрения с плесневыми грибками.

Счет дрожжей

Счет дрожжей производят под микроскопом в камере типа Тома-Цейса.

Исследуемую пробу в зависимости от ее плотности и ожидаемой обсемененности предварительно разбавляют водой в отношении 1:3 или 1:9, пользуясь следующим приемом: в мерный цилиндр вносят 10 *мл* продукта и приливают 20 или 30 *мл* воды.

Полученную смесь после перемешивания чистой стеклянной палочкой переносят в колбу Эрленмейера и тщательно взбалтывают в течение 1,5 минут.

Подготовленную таким образом пробу переливают в открытую чашку Петри и перемешивают в ней с помощью ножа или скальпеля. Через 0,5 мин. отсюда берут каплю пробы, помещают ее в центр камеры Тома-Цейса и накрывают покровным стеклом.

Счет дрожжей производят не ранее чем через 10 минут после приготовления препарата под микроскопом с увеличением в 500 раз.

Если дрожжей немного (не выше нормы), то подсчет производят не менее чем в половине всей площади камеры (т. е. на площади $^1/_2$ *мм*^{2}). Полученное число в этом случае умножают на 20 тыс. и на взятое разведение (3 или 9) и получают таким образом количество дрожжей в 1 *мл*.

В том случае, когда дрожжей много, подсчет их производят не менее чем в 50 отдельных квадратиках и выводят среднее арифметическое на один квадратик ($^1/_{400}$ *мм*^{2}). Полученное число умножают на 4 млн. и на взятое разведение и таким образом получают количество дрожжей в 1 *мл*.

Счет бактерий

Счет бактерий производят в тех же препаратах, в которых подсчитывались дрожжи, с тем же увеличением микроскопа.

Подсчитывают только палочковидные формы бактерий.

Подсчет производят не менее чем в 50 отдельных квадратиках и выводят среднее арифметическое на один квадратик ($^1/_{400}$ *мм*^{2}). Полученное число умножают на 4 млн. и на взятое разведение и таким образом получают количество бактерий в 1 *мл*.

СОДЕРЖАНИЕ

Мясо и мясопродукты

Стр.

ОСТ НКММП 36 Методы лабораторного исследования мяса 1
ГОСТ 779—41 Мясо-говядина в полутушах и четвертинах 34
ГОСТ 1935—42 Мясо-баранина в тушах 41
ГОСТ 1214—41 Мясо-свинина в полутушах 45
ОСТ НКПП и НКВТ 8472/22 Разделка (разрубка) туш крупного рогатого скота 50
ОСТ НКПП и НКВТ 8475/25 Разделка (разрубка) телячьих туш . . 56
ОСТ НКПП и НКВТ 8473/23 Разделка (разрубка) бараньих туш . . 60
ОСТ НКПП и НКВТ 8474/24 Разделка (разрубка) свиных туш . . . 64
ГОСТ 1388—42 Солонина из говядины и баранины 68
ГОСТ 1906—46 Субпродукты мясные. Языки, мозги, почки, печень. Технические условия 73
ГОСТ 1409—42 Окорока, рулеты, продукты копченые из свинины. Оценка качества, упаковка, маркировка, паспортизация, правила приемки 76
ГОСТ 1426—42 Окорока свиные 79
ГОСТ 1570—42 Продукты копченые из свинины. Корейка, грудинка, американский бекон, шейка, филей 84
ГОСТ 1427—42 Рулеты свиные 88
ОСТ 1650 Бекон 92
ОСТ НКММП 37 Методы исследования колбасных изделий 97
ГОСТ 3324—46 Колбасы вареные. Технические условия 111
ГОСТ 1212—41 Колбасы полукопченые (полтавская, краковская, киевская, охотничьи колбаски, украинская, минская, польская) . . . 122
ГОСТ 1509—42 Колбасы говяжьи копченые «Особый заказ» 134
ГОСТ 1835—42 Колбасы сырокопченые (салями свиная, салями деликатесная, советская, еврейская, туристские колбаски, московская, любительская) 138
ГОСТ 3574—47 Сосиски и сардельки 148
ОСТ НКПП 559 Методы испытания консервированных пищевых продуктов 154
ОСТ НКММП 29 Консервы мясные. Мясо тушеное — говядина . . . 231
ГОСТ 698—41 Консервы мясные. «Баранина тушеная» 235
ГОСТ 697—41 Консервы мясные. «Свинина тушеная» 239
ОСТ НКММП 30 Консервы мясные. Мясо жареное 243
ОСТ НКПП 478 Консервы. «Свинина жареная с рисом» 246
ОСТ НКММП 39 Консервы мясные. «Корнд-биф» 254
ОСТ НКММП 44 Консервы мясные. «Мозги жареные» 250

Стр.

ОСТ НКММП 68 Консервы мясные. Печень жареная 257
ОСТ НКММП 31 Консервы мясные. Паштет печеночный 260
ОСТ НКММП 45 Консервы мясные. «Почки сотэ: говяжьи, бараньи, свиные» 263
ОСТ НКММП 42 Консервы мясные. «Сосиски в свином жире» . . . 266
ОСТ НКММП 41 Консервы мясные. «Сосиски в томате» 269
ОСТ НКММП 32 Консервы мясные. Языки крупного рогатого скота, бараньи, свиные (целые, половинки и ломтики) в желе 272
ОСТ НКПП 476 Консервы. «Макароны, лапша или вермишель с говядиной, свининой, бараниной или с мясным фаршем» 277
ОСТ НКПП 470 Фасоль, горох или чечевица с говядиной, бараниной или свининой 281
ГОСТ В-1506—42 Расфасовка, упаковка и маркировка консервной и плодоовощной продукции (жестяная, стеклянная и деревянная тара) 285

Л26298. Стандартгиз. Подп. к печ. 4/VI 1947 г. 20,1/8 п. л. Тир. 10.000

Тип. «Московский печатник». Зак. 1115

gost.e-ecolog.ru