| СССР<br>Народный комиссариат мясной и молочной промышленности | ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ<br>**Консервы молочные**<br>Методы испытаний | ОСТ НКММП 3<br>Взамен ОСТ 7761 в части молочных консервов<br>Молочноконсервная промышленность |
|---|---|---|

Настоящий стандарт устанавливает правила отбора образцов и методы испытания молочных консервов (сгущенное молоко с сахаром, кофе и какао со сгущенным молоком, сгущенное молоко стерилизованное, сухое молоко).

## А. ПРАВИЛА ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

### I. Партия и сортировка ее

а) Качество каждой отдельной партии молочных консервов устанавливают на основании отбираемых от нее средних образцов.

б) Под отдельной партией понимают одноименные молочные консервы одной или нескольких варок (или сушек), одного сорта, в однородной упаковке, выработанные одним заводом и предъявленные к одновременной сдаче, приемке или качественной оценке.

в) Перед отбором образцов каждая партия молочных консервов должна быть разобрана по варкам (или сушкам), согласно маркировке, имеющейся на таре.

### II. Порядок осмотра партии, отбора и составления образцов для физико-химического исследования

#### Осмотр партии

а) Жестяные крупные и мелкие банки, стеклянная тара.

От каждой варки данной партии отбирают 3% ящиков, но не менее двух ящиков, вскрывают и тару подвергают внешнему осмотру, причем отмечают:

| Внесен<br>Главконсервмолоко | Утвержден<br>4 мая 1939 г. | Срок введения<br>1 июня 1939 г. |
|---|---|---|



gost.e-ecolog.ru

1. Наличие и состояние этикеток, содержание этикетной надписи (название объединения, название и местонахождение завода, наименование продукта, сорт, вес нетто).

2. Наличие дефектов банок: видимое нарушение герметичности, вздутие крышек, хлопающие крышки, помятость корпуса, донышек, ржавчина и степень ее распространения, дефекты в закатке или запайке крышек. Кроме того, в стеклянной таре — наличие трещин.

б) По деревянным бочкам и барабанам

Всю партию полностью осматривают и по каждой варке отмечают наличие недостатков: грязная клепка, плесень, утечка и др.

### Отбор и составление образцов

1. В каждой партии из подвергшихся внешнему осмотру молочных консервов, расфасованных в мелкую жестяную и стеклянную тару, обтирают из разных ящиков от каждой варки (или сушки) от четырех до шести банок.

2. Отобранные образцы должны быть характерными для данной партии.

3. Из отобранных образцов для исследования отбирают по две банки от каждой варки или сушки.

4. В каждой партии молочных консервов, упакованных в крупную жестяную тару, отбирают от каждой варки (или сушки) 1—2% всего количества упаковок, но не более трех банок от варки или сушки.

5. В каждой партии молочных консервов, упакованных в бочки или барабаны, вскрывают 3% всего количества упаковок, но не более трех бочек от варки или сушки.

6. Для химического анализа отбирается средняя проба из крупной жестяной тары или бочек каждой варки в количестве не менее 500 г для сгущенных продуктов и в количестве 200 г для сухого молока.

7. Отобранные из крупных жестянок и бочек пробы помещаются в чистые сухие банки с притертой пробкой.

8. При отборе проб из крупных жестяных банок и бочек в случае сгущенных консервов последние подвергаются тщательному перемешиванию.

9. Отбор проб сгущенных продуктов для химического анализа производится из крупных жестяных банок чистой, сухой ложкой, из бочек — пробником.

10. Отбор проб сухого молока производится из более глубоких слоев продукта, по снятии предварительно верхнего слоя на 5—10 см, сухой чистой ложкой.

11. На банки с отобранными образцами наклеиваются этикетки с указанием времени взятия пробы, наименования завода, продукции, номера варки.

## Б. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

### I. ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ

### а) ПРОВЕРКА ГЕРМЕТИЧНОСТИ

#### 1. Жестяных банок

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 банки так, чтобы после погружения банки температура воды была не ниже 80° и слой воды над банкой был бы 2—3 см. Появление струйки пузырьков воздуха в каком-либо месте жестянки указывает на ее негерметичность.

Банки выдерживаются в воде при непрерывном наблюдении 2—3 мин.

#### 2. Стеклянных банок и стаканов, вакуумно укупоренных

В стеклянных стаканах и банках, герметически укупоренных под вакуумом, должно сохраняться соответствующее разрежение. Отсюда, определяя при помощи вакуумметра наличие и величину разрежения, можно судить о герметичности укупорки данной тары, наполненной молочными консервами.

**Описание вакуумметра и пользование им**

Прибор состоит из металлической трубки, заостренной на нижнем конце таким образом, что при легком нажиме рукой на верхний конец трубки, вделанный в деревянную ручку, металлическая крышка стакана или банки протыкается. На нижний конец трубки надета резина, плотно прижимающаяся к крышке при ее протыкании и не допускающая проникновения воздуха в стакан или банку через образуемое в крышке отверстие. К верхнему концу трубки (ниже ручки) горизонтально присоединен сферический диск с нанесенными на нем делениями.

На циферблате этого диска находится подвижно укрепленная стрелка, стоящая против нулевого деления. Диск этот герметично закрыт сверху стеклом и свободно сообщается только с металлической трубкой прибора, являющейся и пробойником.

При протыкании крышки стакана или банки, в случае наличия в последних вакуума, стрелка на диске вращается, отклоняясь от нулевого деления. Цифра, против которой остановилась стрелка, показывает величину вакуума в стакане или банке.

При негерметичности стаканов или банок стрелка вакуумметра остается на нуле, что указывает на нарушение вакуума в данной таре с молочными консервами.

Примечание. Так как нормальное давление равно 760 мм, а диск вакуумметра разделен на 1000 частей, то цифру, указанную вакуумметром, необходимо пересчитать для получения истинного разрежения в стакане или банке. Например: стрелка вакуумметра показывает 600, а в действительности разрежение равно 456 мм.

**Таблица для пересчета показаний вакуумметра**

| Показание вакуум-метра | Величина разрежения (в мм) | Показание вакуум-метра | Величина разрежения (в мм) |
|---|---|---|---|
| 1000 | 760 | 400 | 304 |
| 900 | 684 | 300 | 228 |
| 800 | 608 | 250 | 190 |
| 700 | 532 | 200 | 152 |
| 600 | 456 | 150 | 114 |
| 500 | 380 | 100 | 76 |

### б) ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕСА НЕТТО В ЖЕСТЯНЫХ И СТЕКЛЯННЫХ БАНКАХ

1. Тщательно вытертую, невскрытую банку взвешивают с точностью до 1 г.
2. После освобождения от молочного консерва банку чисто моют, вытирают, просушивают и взвешивают с точностью до 1 г.
3. По разности между первым и вторым взвешиванием определяют чистый вес консерва в банке.

### в) ПРОВЕРКА СОСТОЯНИЯ ВНУТРЕННЕЙ ПОВЕРХНОСТИ ЖЕСТЯНЫХ БАНОК

Проверку состояния внутренней поверхности жестяных банок производят в опорожненных от содержимого и промытых водой банках, при этом отмечают: 1) наличие и степень распространения ржавчины, 2) наличие и степень распространения темных пятен и побежалости, 3) наличие и размер наплывов припоя внутри банки.

### г) ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ

Органолептическая оценка молочных консервов производится на основании опробования среднего образца по стобалльной системе, согласно действующим ОСТ или временным техническим условиям.

## II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ

### а) ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦА К ХИМИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ

Подготовка образца к химическому анализу производится в зависимости от характера продукта следующим образом:

**Сгущенное молоко с сахаром, кофе и какао со сгущенным молоком**

1. Банку вскрывают и продукт размешивают сухой, чистой ложкой. При наличии крупных кристаллов сахара содержимое банки полностью переносят в большую ступку, в которой пестиком осторожно растирают крупные кристаллы, и снова продукт переносят в банку.

2. Затем банку со сгущенным молоком (с кофе и какао) помещают в горячую воду температурой не выше 80° и размешивают ложкой (не повышая температуру в продукте выше 60°) до получения однородной консистенции.

3. Образцы, не имеющие крупных кристаллов, подготовляют точно так же, но без предварительного растирания.

4. Отвешивают в химический стакан емкостью 200 см³ 100 г средней пробы продукта с точностью до 0,1 г, растворяют в 100 см³ горячей дистиллированной воды (температура 60—70°) и переводят раствор без потерь через воронку во взвешенную мерную колбу емкостью 250 см³, обмыв стакан теплой дистиллированной водой.

5. Раствор в колбе охлаждают под краном до 20°. Доливают дистиллированной водой (20°) до метки. Закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Взвешивают колбу с раствором с точностью до 0,1 г.

6. Устанавливают вес 10 и 25 см³ разводки сгущенного молока, взятого пипеткой, которой в дальнейшем будут вести отмеривание раствора. Для этого в сухую взвешенную бюксу вносят пипеткой 10 или 25 см³ разведенного сгущенного молока, взвешивают и определяют вес сгущенного молока в 10—25 см³ разводки по формуле:

$$x = \frac{100 \cdot б}{а},$$

где:

$x$ — количество граммов сгущенного молока в 10 или 25 см³ разводки;

$а$ — общий вес разводки сгущенного молока в 250 см³;

$б$ — вес 10 или 25 см³ разведенного сгущенного молока.

### Сгущенное молоко стерилизованное

1. Для перемешивания сгущенного молока невскрытую банку сильно встряхивают, затем вскрывают и содержимое тщательно перемешивают сухой ложкой. При наличии комочков (белковые сгустки) молоко переливают через волосяное сито в сухой стакан, комочки на сите растирают и после этого размешивают их с остальной пробой до получения однородной массы.

2. Приготовление разводки для исследования производится согласно п.п. 4, 5, как для сгущенного молока с сахаром.

### Сухое молоко

Перед исследованием сухое молоко тщательно перемешивают сухой ложкой. При наличии слежавшихся комочков и при исследовании пленочного молока пробу быстро растирают в ступке и снова пересыпают в банку с притертой пробкой.

## б) ОБЩИЕ МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ ПУТЕМ ВЫСУШИВАНИЯ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУ ПРИ 105°

#### В сгущенном молоке с сахаром, в кофе и какао со сгущенным молоком, в сгущенном молоке стерилизованном

1. В широкую низкую бюксу помещают около 30 г чистого прокаленного песка и короткую стеклянную палочку. Ставят бюксу в сушильный шкаф при 105° на полчаса, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г.

2. Вливают в бюксу 4—5 г неразведенного сгущенного молока и тотчас же, закрыв бюксу крышкой, снова взвешивают с той же точностью. Вычисляют навеску сгущенного молока.

3. Помещают открытую бюксу на кипящую водяную баню, тщательно размешивают сгущенное молоко с песком и выпаривают воду при частом помешивании стеклянной палочкой до получения рассыпающейся массы.

4. Бюксу с открытой крышкой помещают в сушильный шкаф на два часа при 100—105°.

5. После этого, закрыв бюксу крышкой, ставят ее для охлаждения в эксикатор на 25—30 мин. и взвешивают.

6. Ставят снова бюксу в сушильный шкаф на один час при той же температуре, затем охлаждают 25—30 мин. в эксикаторе и взвешивают.

7. Если убыль в весе между последним и предыдущим взвешиванием не превышает 0,004 г, то на этом высушивание заканчивается.

8. Если убыль в весе превышает 0,004 г, бюксу снова помещают в сушильный шкаф и продолжают высушивание до тех пор, пока два смежных взвешивания будут разниться одно от другого не больше чем на 0,004 г.

9. Процент воды определяется по формуле:

$$x = \frac{б - а}{в} 100,$$

где:

$x$ — процент воды в сгущенном молоке;
$а$ — вес бюксы с молоком после высушивания;
$б$ — вес бюксы с молоком до высушивания;
$в$ — навеска сгущенного молока.

#### В сухом молоке

1. В бюксу, подготовленную как и для сгущенного молока, всыпают 3—4 г средней пробы сухого молока, закрывают бюксу крышкой и снова взвешивают с точностью до 0,001 г.

2. Затем осторожно перемешивают навеску с песком стеклянной палочкой.

3. Дальше поступают так же, как с сгущенным молоком, п.п. 4, 5, 6, 7, 8, 9.

Примечания: 1. Очистку песка производят следующим образом: песок просеивают через сито с диаметром отверстий 1—1,5 мм; отмучивают простой водой. Затем приливают соляную кислоту (1:1) перемешивают и оставляют стоять на ночь. Слив соляную кислоту, песок промывают сначала простой водой до исчезновения кислой реакции (по лакмусу), затем дестиллированной водой, высушивают и прокаливают. Хранят очищенный песок в чистой, сухой банке с пробкой.

2. При массовых исследованиях допускается определение воды экспресс-методом.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ ЭКСПРЕСС-МЕТОДОМ

### В сгущенном молоке с сахаром, в кофе и какао со сгущенным молоком, в сгущенном молоке стерилизованном

1. В алюминиевую чашку помещают около 8 г промытого и прокаленного песка или прокаленной порошкообразной пемзы, 5 г безводного парафина и стеклянную палочку.

2. Растапливают парафин, перемешивают всю массу стеклянной палочкой и дают застыть.

3. Уравновешивают чашечку с содержимым на технических весах с точностью до 0,01 г и берут точную навеску молочных консервов (неразведенных) 5 г.

4. Нагревают чашечку на слабом пламени горелки или на плитке. Парафин плавится, вода начинает кипеть и испаряться.

При постоянном помешивании выпаривают всю воду. Конец выпаривания определяют по прекращению вспенивания и потрескивания, по появлению побурения массы, по началу появления дыма.

5. Чашечку охлаждают, взвешивают и определяют процент воды, умножая разницу между первым и вторым взвешиванием на 20.

Примечание. При взвешивании на весах Зиму или других весах, служащих для определения воды в масле, нужно потерю в весе, отсчитанную по делениям, на которых висят разновески, умножить на 2.

### В сухом молоке (высушивание при 125°)

1. В чистую сухую бюксу на технических весах отвешивают 5 г сухого молока, с точностью до 0,01 г, распределяя молоко возможно равномерным слоем.

2. Бюксу помещают в сушильный шкаф с температурой 125° на 25 мин.

3. По истечении этого времени бюксу охлаждают в эксикаторе 25—30 мин. и взвешивают с точностью до 0,01 г.

4. Убыль в весе бюксы с сухим молоком после высушивания, умноженная на 20, дает процент влаги в сухом молоке.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖИРА

### МЕТОД ГОТЛИБ — РОЗЕ

**В сгущенном молоке с сахаром, в кофе и какао со сгущенным молоком и в сгущенном молоке стерилизованном**

1. 10 см³ хорошо перемешанного разведенного продукта (см. раздел II «Определение физико-химических показателей», п. «а», п. п. 4, 5, 6) вносят пипеткой в цилиндр Рериха.

2. Далее постепенно приливают:

а) 2 см³ 10%-ного раствора аммиака. Закрыв пробку цилиндра, тщательно взбалтывают полминуты;

б) 10 см³ 95°-ного этилового спирта. Снова тщательно взбалтывают полминуты;

в) 25 см³ серного эфира. Придерживая пробку цилиндра, встряхивают полминуты. Дают отстояться раствору 2 мин.

Примечание. При определении жира в сгущенном молоке с кофе и какао встряхивание производят 2 мин.

г) 25 см³ петролейного эфира с точкой кипения не выше 60°. Закрыв пробку, сильно встряхивают в течение 1 мин. Дают отстояться час.

3. Трубка крана должна быть заполнена эфирно-жировым раствором. Следить, чтобы не оставались пузырьки воздуха.

4. Отсчитывают объем отстоявшегося эфирно-жирового раствора по делениям на цилиндре.

5. Большую часть эфирно-жирового слоя сливают через кран в сухую, взвешенную с точностью до 0,001 г, эрленмейровскую колбочку емкостью 100 см³. Следить, чтобы уровень оставшегося раствора не был ниже уровня верхнего изгиба крана.

6. Отмечают новое положение верхней границы эфирно-жирового раствора и по разности вычисляют объем слитого в колбочку раствора.

7. Отгоняют эфир через холодильник на водяной бане сначала при температуре воды 60—70°, повышая затем к концу отгонки эфира температуру воды до кипения.

8. Остаток к колбочке сушат при 100° в течение часа. Для более быстрого высушивания колбочки кладут в сушильный шкаф боком.

9. Охлаждают колбочку с жиром в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г.

10. Ставят колбочку в сушильный шкаф еще на полчаса и после охлаждения снова взвешивают.

Высушивание продолжают до тех пор, пока два смежных взвешивания будут разниться одно от другого не более чем на 0,001 г.

11. Процент содержания жира вычисляют по следующей формуле:

$$x = \frac{(б - а) \cdot г}{в \cdot д} 100,$$

где:

$x$ — процент жира;
$а$ — вес пустой колбочки;
$б$ — „ колбочки с жиром после сушки;
$в$ — навеска взятого продукта в 10 см³ разводки;
$г$ — объем эфирно-жирового раствора в цилиндре;
$д$ — „ слитого в колбочку эфирно-жирового раствора.

### В сухом молоке

1. Навеску в количестве около 1 г средней пробы сухого молока помещают в сухую пробирку с пробкой, взвешивают с точностью до 0,001 г и пересыпают осторожно в цилиндр Рерига. Пустую пробирку снова взвешивают, по разности устанавливают точно взятую навеску сухого молока. Приливают в цилиндр 8—10 см³ горячей воды, хорошо перемешивают до полного растворения сухого молока.

2. Далее поступают, как при сгущенном молоке (п. п. 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11).

## МЕТОД ГЕРБЕРА

### В сгущенном молоке с сахаром и в сгущенном молоке стерилизованном

1. В молочный бутирометр вливают 10 см³ серной кислоты (уд. вес 1,82), 11 см³ хорошо перемешанного разведенного продукта и 1 см³ амилового спирта.

2. Бутирометры закрывают пробкой и энергично встряхивают до полного растворения сгущенного молока.

3. Помещают бутирометры в центрифугу, центрифугируют в течение 5 мин. при 1000 оборотов в минуту.

4. После центрифугирования бутирометры помещают в водяную баню (65°) на три минуты (пробкой вниз), после чего производят отсчет столбика жира.

5. Процент жира устанавливают умножением количества отсчитанного жира на коэфициент 2,5.

### В сухом молоке

1. В сливочный весовой бутирометр наливают 10 см³ серной кислоты (уд. вес 1,82), затем 7,5 см³ воды и 1 см³ амилового спирта.

2. На листок бумаги отвешивают 2,5 г сухого молока с точностью до 0,01 г.

3. Переносят навеску осторожно, без потерь, в бутирометр.

4. Бутирометры закрывают пробкой и осторожно побалтывают (не переворачивая бутирометры) для растворения большей части сухого молока в широкой части бутирометра.

5. Ставят бутирометры в водяную баню (65°), где держат до полного растворения молотого порошка, часто встряхивая бутирометры.

6. Затем поступают так, как указано в п.п. 3, 4 о сгущенном молоке.

7. Процент жира устанавливают умножением количества отсчитанного жира на коэфициент 2.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

### ИОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 1. Приготовление фильтрата

25 см³ разведенного сгущенного молока вносят пипеткой в мерную колбу емкостью 500 см³, приливают 200 см³ воды, прибавляют для осаждения белков и жира 10 см³ раствора медного купороса (раствор 1 жидкости Феллинга) и 4 см³ 1 N раствора NaOH. Взбалтывают, доливают водой до метки и, снова тщательно переболтав, оставляют стоять полчаса, после чего фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Фильтрат служит для определения сахара.

#### 2. Определение сахарозы

а) 25 см³ фильтрата вносят пипеткой в эрленмейеровскую колбу емкостью 250—300 см³ и, заткнув колбу пробкой с пропущенным через нее термометром так, чтобы шарик термометра находился в жидкости, нагревают на водяной бане до 60—70°; затем, приоткрыв пробку, прибавляют 2,5 см³ разбавленной соляной кислоты [120 см³ концентрированной кислоты (уд. вес 1,19 ), разбавленной до 200 см³], перемешивают и держат на водяной бане при 60—70° равно 10 мин., после чего быстро охлаждают (под краном) до 20°. Прибавив каплю метилоранжа, нейтрализуют кислоту 1 N раствором NaOH, прибавляя его по каплям, и, тщательно перемешивая жидкость в колбе, доводят до слабокислой реакции.

После этого вносят в колбу пипеткой 25 см³ 0,1 N раствора J и при непрерывном помешивании 37,5 см³ 0,1 N раствора N aOH. Закрыв колбу притертой пробкой, оставляют стоять в темном месте 20 мин., после чего прибавляют 8 см³ 0,5 N раствора HCl и титруют выделившийся иод 0,1 N раствором $Na_2S_2O_3$ в присутствии крахмала.

Примечания: 1. В конце титрования от одной капли синий цвет раствора резко переходит в бледнорозовый, обусловленный метилоранжем.

2. 0,1N раствор J готовится так: 20—25 г химически чистого KJ растворяют в возможно малом количестве воды в литровой колбе, после чего прибавляют 12,7 г иода и взбалтывают до полного растворения. Затем дополняют водой до метки.

3. Растворы NaOH не должны содержать спирта.

б) К другим 25 см³ того же фильтрата в эрленмейеровской колбе сразу прибавляют той же пипеткой, что и в п. «а», 25 см³ того же 0,1 N раствора J и поступают далее, как описано в п. «а», начиная со слов «при непрерывном перемешивании 37,5 см³ . . . .».

Разность между количеством кубических сантиметров $Na_2S_2O_3$, пошедших на титрование после инверсии и до инверсии, умноженная на 17,1, равна количеству сахарозы в килограммах в навеске сгущенного молока в фильтрате, соответствующей пипетке в 25 см³.

Процент сахарозы определяют по следующей формуле:

$$x = \frac{a \cdot 100}{б},$$

где:

$a$ — найденное количество сахарозы (в мг) в 25 см³ фильтрата;

$б$ — количество сгущенного молока (в мг), соответствующее 25 см³ фильтрата.

Из найденного таким образом количества сахарозы в процентах вычитают 1% (поправка на осадок). Например, найдено 45% сахарозы, 1% от 45% = 0,45. Вычитая из 45 величину 0,45, получаем 44, 55% сахарозы.

## МЕТОД БЕРТРАНА

1. 25 см³ разведенного сгущенного молока вносят пипеткой в мерную колбу емкостью 500 см³, приливают 200 см³ дестиллированной воды, прибавляют для осаждения белков и жира 10 см³ раствора медного купороса (раствор 1 жидкости Феллинга) и 4 см³ 1 N раствора NaOH.

2. Взбалтывают, доливают водой до метки и, снова тщательно переболтав, оставляют стоять полчаса, после чего фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Фильтрат служит для определения сахара.

3. 10 см³ фильтрата вносят пипеткой в эрленмейеровскую колбу емкостью 250—300 см³ и, заткнув колбу пробкой с пропущенным через нее термометром так, чтобы шарик термометра находился в жидкости, нагревают на водяной бане до 65—70°.

4. Приоткрыв пробку, прибавляют 1 см³ разбавленной соляной кислоты [120 см³ соляной кислоты (уд. вес 1,19) и разбавляют до 200 см³], перемешивают и держат на водяной бане при 65—70° равно 10 мин., после чего быстро охлаждают (под краном) до 20°.

5. Прибавив каплю метилоранжа, нейтрализуют кислоту 1 N раствором NaOH до слабокислой реакции, прибавляя его понемногу и тщательно перемешивая.

6. После этого прибавляют в колбу по 25 см³ растворов I и II жидкости Феллинга. Смесь кипятят ровно 6 мин., считая с момента закипания жидкости. Выпадает красный осадок закиси меди.

7. Жидкость фильтруют через трубку Аллина при слабом отсасывании, стараясь не переводить осадок закиси меди на фильтр.

Примечания: 1. Трубка Аллина заправляется следующим образом. В трубку кладут стеклянный шарик, а поверх него крупноволокнистый чистый асбест, для чего последний предварительно кипятят в растворе едкой щелочи, затем азотной кислоты и, наконец, промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции. Асбестовые волокна прижимают аккуратно стеклянной палочкой так, чтобы образовалась пробка в 1—1,5 см высоты, промывают горячей водой, спиртом и эфиром.

2. Фильтрование можно вести через нутчфильтр № 4 или через обыкновенные фильтры, подготовленные следующим образом. Из обыкновенной фильтровальной бумаги нарезаются фильтры диаметром 11—12 см. Фильтры закладываются по четыре в стеклянную воронку соответствующего диаметра и заливаются доверху горячей водой температурой 80—90° (при тонкой пористой бумаге в воронку закладываются 5 фильтров).

Во время стекания через фильтр горячей воды воронки должны быть сверху закрыты стеклами. Заливку горячей водой повторяют три-четыре раза.

8. Осадок закиси меди промывают несколько раз путем декантации дистиллированной водой; каждый раз после отстаивания осадка жидкость фильтруют через тот же фильтр.

9. К промытому осадку закиси меди приливают раствор железоаммиачных квасцов или сернокислой окиси железа до полного растворения осадка.

10. После этого содержимое колбы выливают через тот же фильтр для растворения задержанной на фильтре закиси меди и фильтруют в новую колбу.

11. Колбу из-под осадка закиси меди и фильтр Аллина еще несколько раз промывают горячей дистиллированной водой и фильтрат с промывными водами титруют раствором $KMnO_4$ до слаборозового окрашивания.

Примечание. При фильтровании через обыкновенные фильтры поступают несколько иначе. Под воронку с фильтром подставляют колбу. В колбу с осадком закиси меди вливают 5 см³ раствора железоаммиачных квасцов для растворения осадка.

На фильтр вливают небольшими порциями 45 см³ раствора железоаммиачных квасцов и, помешивая раствор на фильтре стеклянной палочкой, растворяют попавший на фильтр осадок закиси. По окончании стекания последних капель раствора железоаммиачных квасцов через воронку в колбу фильтр промывают небольшими порциями горячей воды, давая стекать промывным водам в колбу.

12. В другую эрленмейеровскую колбу, емкостью 250—300 см³, помещают 50 см³ фильтрата (см. п. 2), прибавляют по 25 см³ I и II раствора жидкости Феллинга. Смесь кипятят ровно 6 мин., считая с момента закипания жидкости. Выпадает красный осадок закиси меди.

13. Дальше поступают так, как указано в п.п. 7, 8, 9, 10, 11.

14. Одновременно проводят холостую пробу.

В эрленмейеровскую колбу емкостью 250—300 см³ вносят по 25 см³ I и II раствора жидкости Феллинга. Кипятят в течение

6 мин., фильтруют. Если на фильтре замечается красный осадок закиси меди, поступают так, как указано в п.п. 7, 8, 9, 10, 11, и вычисление производят по формуле (2). Если осадка нет, то вычисление производят на основании данных, полученных по п.п. 11, 12 по формуле (1).

15. Вычисление содержания количества миллиграммов меди, восстановленной 10 см³ фильтрата:

а) Если холостая проба дала отрицательный результат:

$$\left(a - \frac{б}{5}\right) к, \qquad (1)$$

где:

*а* — количество кубических сантиметров $KMnO_4$, пошедших на титрование после инверсии;

*б* — количество кубических сантиметров $KMnO_4$, пошедших на титрование до инверсии;

*к* — титр $KMnO_4$ в мг меди.

б) Если при проведении холостой пробы получился красный осадок закиси меди:

$$\left[a - \left(\frac{б + 4в}{5}\right)\right] к, \qquad (2)$$

где:

*а* — количество кубических сантиметров $KMnO_4$, пошедших на титрование после инверсии;

*б* — количество кубических сантиметров $KMnO_4$, пошедших на титрование до инверсии;

*в* — количество кубических сантиметров $KMnO_4$, пошедших на титрование холостой пробы;

*к* — титр $KMnO_4$ в мг меди.

Примечания. Формула (2) выводится на основании следующего:

1. После инверсии количество кубических сантиметров $KMnO_4$, пошедших на титрование 10 см³ фильтрата с поправкой на холостую пробу, равняется $a - в$.

2. До инверсии: $\frac{б - в}{5}$.

3. Разность между титрованием после инверсии и до инверсии равна:

$$(a - в) - \left(\frac{б - в}{5}\right),$$

или

$$a - в - \frac{б}{5} + \frac{в}{5} = a - \frac{4в}{5} - \frac{б}{5},$$

или

$$a - \left(\frac{б + 4в}{5}\right).$$

Определение процента свекловичного сахара производится по следующей таблице:

**Таблица пересчета миллиграммов меди, полученных при титровании 10 см³ фильтрата, на процент содержания свекловичного сахара[1].**

| Меди (в мг) | Сахарозы (в %) | Меди (в мг) | Сахарозы (в %) | Меди (в мг) | Сахарозы (в %) |
|---|---|---|---|---|---|
| 165,0 | 41,31 | 174,6 | 43,81 | 184,2 | 46,22 |
| 165,2 | 41,37 | 174,8 | 43,87 | 184,4 | 46,28 |
| 165,4 | 41,43 | 175,0 | 43,92 | 184,6 | 46,33 |
| 165,6 | 41,49 | 175,2 | 43,97 | 184,8 | 46,38 |
| 165,8 | 41,54 | 175,4 | 44,02 | 185,0 | 46,43 |
| 166,0 | 41,59 | 175,6 | 44,07 | 185,2 | 46,48 |
| 166,2 | 41,64 | 175,8 | 44,13 | 185,4 | 46,54 |
| 166,4 | 41,69 | 176,0 | 44,18 | 185,6 | 46,60 |
| 166,6 | 41,74 | 176,2 | 44,23 | 185,8 | 46,65 |
| 166,8 | 41,79 | 176,4 | 44,27 | 186,0 | 46,70 |
| 167,0 | 41,84 | 176,6 | 44,32 | 186,2 | 46,75 |
| 167,2 | 41,89 | 176,8 | 44,37 | 186,4 | 46,80 |
| 167,4 | 41,94 | 177,0 | 44,41 | 186,6 | 46,85 |
| 167,6 | 41,99 | 177,2 | 44,46 | 186,8 | 46,91 |
| 167,8 | 42,04 | 177,4 | 44,51 | 187,0 | 46,96 |
| 168,0 | 42,09 | 177,6 | 44,56 | 187,2 | 47,01 |
| 168,2 | 42,14 | 177,8 | 44,60 | 187,4 | 47,07 |
| 168,4 | 42,19 | 178,0 | 44,65 | 187,6 | 47,13 |
| 168,6 | 42,24 | 178,2 | 44,70 | 187,8 | 47,18 |
| 168,8 | 42,29 | 178,4 | 44,74 | 188,0 | 47,24 |
| 169,0 | 42,34 | 178,6 | 44,79 | 188,2 | 47,29 |
| 169,2 | 42,39 | 178,8 | 44,84 | 188,4 | 47,35 |
| 169,4 | 42,44 | 179,0 | 44,89 | 188,6 | 47,40 |
| 169,6 | 42,49 | 179,2 | 44,93 | 188,8 | 47,46 |
| 169,8 | 42,54 | 179,4 | 44,98 | 189,0 | 47,51 |
| 170,0 | 42,59 | 179,6 | 45,04 | 189,2 | 47,57 |
| 170,2 | 42,64 | 179,8 | 45,10 | 189,4 | 47,62 |
| 170,4 | 42,69 | 180,0 | 45,16 | 189,6 | 47,67 |
| 170,6 | 42,74 | 180,2 | 45,21 | 189,8 | 47,73 |
| 170,8 | 42'79 | 180,4 | 45,26 | 190,0 | 47,79 |
| 171,0 | 42'84 | 180,6 | 45,31 | 190,2 | 47,84 |
| 171,2 | 42'89 | 180,8 | 45,36 | 190,4 | 47,90 |
| 171,4 | 42'94 | 181,0 | 45,41 | 190,6 | 47,95 |
| 171,6 | 42'99 | 181,2 | 45,46 | 190,8 | 48,00 |
| 171,8 | 43'04 | 181,4 | 45,52 | 191,0 | 48,05 |
| 172,0 | 43'09 | 181,6 | 45,58 | 191,2 | 48,11 |
| 172,2 | 43'15 | 181,8 | 45,64 | 191,4 | 48,16 |
| 172,4 | 43'20 | 182,0 | 45,70 | 191,6 | 48,21 |
| 172,6 | 43'25 | 182,2 | 45,75 | 191,8 | 48,26 |
| 172,8 | 43'31 | 182,4 | 45,79 | | |
| 173,0 | 43'37 | 182,6 | 45,84 | | |
| 173,2 | 43'42 | 182,8 | 45,88 | | |
| 173,4 | 43'48 | 183,0 | 45,93 | | |
| 173,6 | 43'53 | 183,2 | 45,97 | | |
| 173,8 | 43'59 | 183,4 | 46,02 | | |
| 174,0 | 43'65 | 183,6 | 46,07 | | |
| 174,2 | 43,70 | 183,8 | 46,12 | | |
| 174,4 | 43,76 | 184,0 | 46,17 | | |

[1] Таблица составлена путем пересчета миллиграммов меди на инвертный сахар по таблице Мейссля — Аллина с умножением на коэфициент 0, 95 для перевода на сахарозу и на коэфициент 0,5 для пересчета на процент, так как во взятых для титрования 10 см³ фильтра содержится 0,2 кг сгущенного молока.

## Приготовление реактивов для определения свекловичного сахара по Бертрану. Жидкость Феллинга

Раствор I — 69,26 г химически чистой сернокислой меди растворяют в мерной колбе в 1 л дестиллированной воды. Раствор II — 346 г сегнетовой соли и 103,2 г NaOH растворяют в мерной колбе в 1 л дестиллированной воды.

Раствор сернокислой окиси железа. 50 г сернокислой окиси железа отвешивают в мерную колбу емкостью 1 л, вливают в нее 200 см³ химически чистой серной кислоты (уд. вес. 1,84) и добавляют дестиллированной водой до метки.

Раствор железоаммиачных квасцов. Смешивают три части водного раствора квасцов 160 г в 1 л дестиллированной воды и две части 10%-ной химически чистой серной кислоты.

Раствор марганцевокислого калия. Растворят 5 г марганцевокислого калия в 1 л дестиллированной воды.

Определение титра марганцевокислого калия. Отвешивают около 0,25 г химически чистого щавелевокислого аммония, растворяют его в 50—100 см³ дестиллированной воды, прибавляют 1—2 см³ крепкой чистой серной кислоты, нагревают до 80° и титруют раствором марганцевокислого калия до появления розового окрашивания. Умножая количество отвешенного щавелевокислого аммония на 0,8951, находят количество меди, соответствующее объему марганцевокислого калия, израсходованного на титрование при установке титра; разделив полученное количество меди на число кубических сантиметров марганцевокислого калия, израсходованного на титрование при установке титра, получают количество меди, соответствующее 1 см³ раствора марганцевокислого калия. Титр марганцевокислого калия в миллиграммах меди находят по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 0{,}8951}{в},$$

где:

$a$ — количество щавелевокислого аммония в мг;

$в$ — количество кубических сантиметров израсходованного на титрование марганцевокислого калия;

0,8951 — коэфициент перевода количества отвешенного щавелевокислого аммония на количество меди.

## Определение общей кислотности в сгущенном молоке с сахаром, в сгущенном молоке стерилизованном

1. В эрленмейеровскую колбочку на 150 см³ вливают пипеткой 10 см³ разведенного сгущенного молока.

2. Добавляют 20 см³ дестиллированной воды и три капли 2%-ного спиртового раствора фенолфталеина.

3. Раствор титруют 0,1 N раствором NaOH до слаборозового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

4. Количество кубических сантиметров 0,1 N раствора NaOH, пошедшего на титрование, умножают на 25. Полученное число дает кислотность в °Т (на 100 г сгущенного молока).

### Определение общей кислотности в сухом молоке

1. В стаканчик емкостью 150—200 см³ отвешивают 2,5 г сухого цельного молока или 1,8 г сухого обрата с точностью до 0,01 г.

2. Небольшими порциями при тщательном растирании комочков палочкой добавляют 20 см³ горячей дестиллированной воды (65°). Охлаждают раствор и добавляют еще 40 см³ дестиллированной воды (20°) и пять капель 2%-ного раствора фенолфталеина. Раствор титруют 0,1 N раствором щелочи до слаборозовой окраски, не исчезающей в течение 1 минуты. Количество куб. сантиметров 0,1 N щелочи умножается на 5. Полученное число дает кислотность молока в °Т (количество 0,1 N щелочи на 100 см³ восстановленного продукта).

### Определение растворимости сухого молока

1. В стаканчик емкостью 200 см³ на технических весах с точностью до 0,01 г отвешивают 12,5 г подготовленной пробы.

2. Приливают 30 см³ горячей (70—75°) дестиллированной воды порциями по 10 см³, тщательно каждый раз растирая комочки и размешивая всю массу.

3. Переносят раствор без потерь в мерный цилиндр емкостью 100 см³ с притертой пробкой или резиновой пробкой. Стаканчик смывают три раза теплой водой (40—45°) порциями по 15 см³ в тот же цилиндр.

4. Охлаждают раствор в цилиндре до 20°.

5. Доливают дестиллированной водой (20°) до метки 100.

6. Закрывают цилиндр пробкой и перемешивают раствор переворачиванием цилиндра несколько раз.

7. Затем цилиндр с раствором оставляют спокойно стоять в течение четырех часов.

8. На точных весах взвешивают с точностью до 0,001 г предварительно высушенную бюксу с прокаленным песком и стеклянной палочкой.

9. По истечении четырех часов из цилиндра берут 25 см³ раствора из средних слоев в приготовленную бюксу.

Примечание. Чтобы пробу взять из средних слоев раствора, поступают следующим образом. Закрыв пальцем верхнее отверстие пипетки, погружают ее медленно до 50 деления; после этого, открыв верхнее отверстие пипетки, берут пипеткой растворенное молоко. Наружную нижнюю часть пипетки, которая была погружена в раствор сухого молока перед выливанием в бюксу, необходимо вытереть фильтровальной бумагой или полотенцем.

10. Бюксу с раствором помещают на кипящую водяную баню и высушивают до получения рассыпчатой массы при помешивании стеклянной палочкой.

11. Помещают бюксу с подсушенным раствором в сушильный шкаф при 105° на 1,5 часа. Охлаждают в эксикаторе в течение 25—30 мин. и взвешивают с точностью до 0,001 г.

12. Вторично помещают бюксу в сушильный шкаф на полчаса, охлаждают и взвешивают. Если разница в весе не превышает 0,002 г, высушивание заканчивают.

13. Если разница между взвешиванием превышает 0,002 г, продолжают сушку.

14. Растворимость вычисляют по следующей формуле:

$$x = \frac{(б - а)}{п} 100, \qquad (1)$$

где:

$x$ — общая растворимость (в %);

$а$ — вес бюксы с песком и палочкой;

$б$ — „ „ после высушивания 25 см³ разводки;

$п$ — навеска сухого молока в 25 см³ разводки.

15. Полученная по формуле (1) общая растворимость перечисляется на безводное сухое молоко по формуле:

$$у = \frac{x \cdot 100}{100 - в},$$

где:

$у$ — растворимость безводного сухого молока (в %) — абсолютная растворимость;

$x$ — общая растворимость (в %), определенная по формуле (1);

$в$ — влажность сухого молока (в %).

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

### I. Определение олова

1. В фарфоровой чашке диаметром 8—10 см³ отвешивают на техно-химических весах 25 г тщательно подготовленного 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».

2. По охлаждении к золе прибавляют 10 см³ соляной кислоты (1 : 1), перемешивают стеклянной палочкой и, закрыв часовым стеклом, нагревают на водяной бане 15 мин.

3. Затем содержимое чашки разбавляют несколькими кубическими сантиметрами горячей дистиллированной воды, смывают раствор через небольшой бумажный беззольный фильтр в эрленмейеровскую колбу емкостью 500 см³. Обмывают фарфоровую чашку небольшим количеством воды, сливая ее на тот же фильтр, и раза

три-четыре промывают фильтр с остатком горячей водой. Промывные воды собирают вместе с фильтратом в ту же колбу до общего объема приблизительно 75 см$^3$.

4. Фильтр с остатком помещают в тигель и озоляют. Золу осторожно переносят в сухом виде из тигля в колбу Кьельдаля емкостью на 250 см$^3$, прибавляют 25 см$^3$ крепкой серной кислоты, смывая ею, а затем несколькими кубическими сантиметрами воды, остатки золы в тигле, и кипятят на голом огне до полного растворения осадка.

5. По охлаждении содержимое колбы переносят в эрленмейеровскую колбу, содержащую солянокислый раствор золы, прибавляют 20 см$^3$ крепкой соляной кислоты и воды до общего объема приблизительно 150 см$^3$.

6. Колбу 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.

7. Закрыв колбу, пропускают углекислый газ в течение 5 мин., 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.

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

9. По охлаждении, ослабив ток углекислого газа и приподняв немного пробку, быстро при слабом покачивании жидкости вливают 25 см$^3$ 0,01 N раствора иода при помощи пипетки. Слегка обмывают в колбу кончик стеклянной трубки и, не разбавляя раствора водой, титруют избыток иода 0,01 N раствором гипосульфита, прибавив перед концом титрования 1 см$^3$ 0,5%-ного раствора крахмала.

10. Параллельно проводится холостая проба.

Вычисление производят по следующей формуле:

$$x = K\,(a - b)\ 0{,}615 \cdot 40,$$

где:

$x$ — мг олова на 1 кг продукта;

К — поправка на титр гипосульфита;

$a$ — кубические сантиметры гипосульфита, пошедшие на титрование холостой пробы;

$b$ — кубические сантиметры гипосульфита, пошедшие на титрование рабочей пробы;

0,615 — мг олова, соответствующие 1 см$^3$ 0,1 N раствора гипосульфита;

40 — коэфициент пересчета на 1 кг продукта.

Примечания: 1. При фильтровании раствора золы употреблять беззольные растворы (с синей полосой).

2. Перед восстановлением олова прибавляют столько крепкой соляной кислоты, чтобы общий объем разбавленной и крепкой кислоты составлял 25 см³.

3. Навески алюминия заготовлять в виде порошков в бумажках, что удобно для хранения и быстрого внесения в колбу.

4. Для предохранения раствора крахмала от порчи добавить 20 г чистого хлористого натра на 100 см³ раствора крахмала.

5. При пользовании углекислотой, получаемой из мрамора в аппарате Киппа, углекислый газ пропускать предварительно через склянки Тищенко с крепким раствором сернокислой меди (для улавливания сероводорода) и затем через склянку или трубку с ватой.

## 2. Определение свинца

1. Навеску в 15 г высушивают в фарфоровом тигле или платиновой чашке на песочной или воздушной бане, а затем обугливают на слабом огне.

2. После охлаждения уголь размельчают стеклянной палочкой и производят озоление на умеренном (около 500°) пламени, не доводя до красного каления.

3. Золу обрабатывают 5 см³ соляной кислоты (1:1) и смесь нагревают на кипящей водяной бане в течение 5—10 мин. Затем содержимое смывают из тигля 10 см³ воды в центрифужную пробирку емкостью 20 см³ и отделяют осадок центрифугированием.

4. Отделившийся от осадка раствор сливают в маленький химический стаканчик емкостью 25 см³ и указанную выше обработку соляной кислотой (1 : 1) повторяют еще раз с последующим центрифугированием.

Примечание. Допускается для отделения осадка вместо центрифугирования применять фильтрацию; в этом случае для обработки должна применяться 10%-ная соляная кислота.

5. Полученный раствор выпаривают в химическом стаканчике на водяной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают 0,5—1 см³ раствора соляной кислоты, переводят в небольшую центрифужную пробирку, смывая его 10—15 см³ воды, и обрабатывают сероводородом.

6. Обработка раствора сероводородом производится при помощи узко оттянутой трубки, через которую пропускается ток сероводорода в течение 40—60 мин.

7. Выделившийся остаток сульфидов и серы отделяют центрифугированием, раствор осторожно сливают, а осадок обрабатывают при слабом нагревании тремя-пятью каплями 10%-ного раствора едкого натра (NaOH), разбавляют 10 см³ воды и вновь обрабатывают током сероводорода в течение одного часа.

Примечание. При больших количествах выделившейся серы применяют большее количество щелочи (двойное, тройное) и более продолжительную обработку сероводородом (60—90 мин.).

8. Остаток сульфидов отделяют центрифугированием, осторожно сливают (сифонируют) раствор и остаток еще раз обрабатывают

тремя-пятью каплями раствора щелочи, разбавляют 10 см³ воды и вновь центрифугируют и сифонируют отделившуюся жидкость.

9. Затем полученный осадок сульфидов обрабатывают тремя-пятью каплями крепкой соляной кислоты, разбавляют 10 см³ воды и жидкость обрабатывают в течение 40 мин. током сероводорода. Выделившийся осадок сульфидов отделяют центрифугированием и раствор сифонируют от осадка.

10. Полученный таким образом осадок обрабатывают 5—10 каплями смеси концентрированной серной и азотной кислот, взятых в равных объемах. Обработку производят при нагревании путем осторожного, периодического введения дна пробирки в умеренное пламя горелки.

Обработку заканчивают после полного удаления паров азотной кислоты и временного просветления жидкости. При этом после такой обработки на дно пробирки может выпасть белый осадок.

11. Затем в пробирку после охлаждения добавляют 0,5—1см³ воды и такое же количество спирта (в случае выпадения значительного осадка количество кубических сантиметров воды и спирта увеличивается в три-пять раз) и оставляют стоять 30 мин. до полного осаждения.

После отстаивания осадок отделяют центрифугированием и раствор осторожно сифонируют от осадка.

12. Оставшийся после центрифугирования в пробирке осадок обрабатывают 1 см³ насыщенного раствора уксуснокислого натра, подкисленного крепкой уксусной кислотой, и после слабого нагревания разбавляют 1 см³ воды.

Нерастворившиеся частицы отделяют центрифугированием и сливают прозрачный раствор в маленькую центрифужную пробирку емкостью 10 см³. Осадок еще раз обрабатывают 0,5 см³ насыщенного раствора уксуснокислого натра, как указано выше, и раствор сливают в ту же пробирку.

13. Затем осторожно, избегая смешивания, вливают в пробирку 1 см³ 5%-ного раствора двухромовокислого калия и дают стоять 15 мин. В присутствии свинца появляется мутное кольцо. Если муть появится, приготовляют стандартные растворы.

14. Для приготовления стандартных растворов в одинаковые по цвету стекла и диаметру пробирки емкостью 20 см³ наливают по 1 см³ 5%-ного раствора двухромовокислого калия, по 1,5 см³ насыщенного раствора уксуснокислого натра (подкисленного крепкой уксусной кислотой) и возрастающие количества (0,5; 1; 1,5; 2 см³ и т. д.) стандартного раствора азотнокислого свинца, содержащего в 1 см³ 0,02 мг металлического свинца, затем в каждую пробирку добавляют воды в таком количестве, чтобы общий объем жидкости в каждой пробирке составлял 15 см³. Затем жидкость в пробирках перемешивают и с образовавшимся помутнением сравнивают помутнение испытуемого раствора.

15. Для этой цели исследуемый раствор переливают из центрифужной в обыкновенную пробирку из такого же стекла и того

же диаметра, как и пробирки со стандартными растворами, доливают до 15 см³ водой, перемешивают жидкость и через 15 мин. сравнивают степень помутнения или количество осадка в испытуемой пробирке со стандартами, смотря на содержимое пробирок сверху вниз на черном фоне через всю толщу растворов.

16. Количество свинца в мг на 1 кг продукта вычисляется по формуле:

$$x = \frac{0{,}02 \cdot n \cdot 1000}{a}$$

где:

$n$ — число кубических сантиметров стандартного раствора, содержащегося в той стандартной пробирке, которая по степени помутнения или количеству осадка соответствует испытуемому раствору;

$a$ — навеска вещества.

### 3. Определение количества меди

1. Навеску 50 г консервов, взятую на технических весах с точностью до 0,1 г в тигель или фарфоровую чашку, осторожно сжигают в муфельной печи или на горелке при температуре слабого каления.

2. После полного озоления обрабатывают золу 2—3 см³ азотной кислоты (уд. вес 1,4), выпаривают досуха на песчаной бане. Как только выпаривание будет закончено, тигель или чашку снимают с песчаной бани во избежание излишнего прокаливания.

3. Обрабатывают остаток 3,5 см³ концентрированной соляной кислоты (уд. вес 1,19), нагревают 5—10 мин. на водяной бане и горячей водой переносят на фильтр, фильтруют в небольшую эрленмейеровскую колбу. Промывают остаток на фильтре несколько раз горячей водой с таким расчетом, чтобы количество фильтрата было не больше 50 см³.

4. Затем раствор в колбе нагревают до кипения и через него пропускается ток промытого сероводорода. Пропускание сероводорода продолжается до охлаждения жидкости, на что обычно требуется около получаса. Ток сероводорода прекращается, колба закрывается пробкой и оставляется до полного отделения осадка.

5. Осадок выпавшей сернистой меди с небольшой примесью выделившейся серы отделяется на нутчфильтре № 3 или 4 или тигле Гуча и промывается сероводородной водой, подкисленной соляной кислотой (сероводородная вода, на 100 см³ содержащая 6—7 см³ соляной кислоты, уд. вес 1,19). Фильтрование и последующее промывание производятся с отсасыванием, используя для этого или поршневый воздушный насос системы Шинца или водоструйный насос.

6. Промывание заканчивается дестиллированной водой, и этот фильтрат испытывается на присутствие железа.

7. Реакция на железо производится следующим образом. К небольшому количеству промывной воды прибавляется несколько капель азотной кислоты, после чего жидкость нагревается до ки-

пения. Дав жидкости охладиться, прибавляют несколько капель крепкого раствора роданистого аммония. В случае появления красного или розового окрашивания осадок сернистой меди на фильтре вновь подвергается промыванию сероводородной водой. После нескольких промываний подкисленной сероводородной водой осадок вновь промывается дестиллированной водой и с последней промывной водой опять производится реакция на присутствие железа. Промывание осадка сернистой меди производится до полного удаления следов железа.

8. Хорошо промытый осадок сернистой меди растворяется на фильтре в горячем растворе, состоящем из смеси одного объема концентрированной HCl и двух объемов концентрированной $HNO_3$. К раствору прибавляют две капли серной кислоты, после чего он выпаривается осторожно 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.

9. Полученный после выпаривания остаток растворяется в воде и переводится в коническую колбу с притертой пробкой. Общий объем раствора в колбе должен быть не более 50 $см^3$.

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

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

12. Для проверки на чистоту реактивов проводится контрольное определение в тех же условиях, но без навески.

13. Количество меди в мг на 1 кг продукта вычисляется по формуле:

$$x = \frac{0{,}63 \cdot n \cdot 1000}{a},$$

где:

$n$ — число кубических сантиметров раствора гипосульфита, пошедшее на титрование, с учетом контрольного определения и поправки на точно 0,01 N раствор;

$a$ — навеска, взятая для анализа.

### 4. Открытие соды по способу Шмидта

К 5 $см^3$ испытуемого разведенного сгущенного или сухого молока прибавляют 5 $см^3$ 96°-ного спирта и две капли 1%-ного спиртового раствора розоловой кислоты. Взбалтывают. Молоко, к которому прибавлена сода, принимает розовую окраску.

Параллельно делается контрольная проба с заведомо чистым молоком, которое с розоловой кислотой дает желтоватую окраску.

## III. БАКТЕРИОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ МОЛОЧНЫХ КОНСЕРВОВ

### 1. ОТБОР ОБРАЗЦОВ, ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ И ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАЗВЕДЕНИЙ

а) Сгущенное молоко ссахаром (с какао и кофе)

1. От каждой варки отбирают две банки сгущенного с сахаром молока. Если молоко расфасовано в бочки, то исследуется одна бочка каждой варки. Каждая из двух банок исследуется отдельно.

При исследовании продукта на заводе брать банки и бочки из середины розлива данной варки. Банки обмываются теплой водой, насухо вытираются и проверяются на герметичность. Негерметичные банки анализу не подлежат.

2. Перед вскрытием крышку банки, пробку бочки и часть днища, окружающую пробку, тщательно фламбируют смоченной в спирте (денатурате) и зажженной ваткой.

3. Открывают банки стерильным консервным ножом, а пробку бочки — пробойником. После вскрытия банка и отверстие бочки немедленно закрываются крышкой стерильной чашки Петри.

4. Из банки после перемешивания стерильной ложечкой берут навеску сгущенного молока с сахаром в количестве 10 г в стерильную сухую колбу. Сюда добавляют 90 см³ стерильной воды (подогретой до 37—40°) и растворяют взбалтыванием.

5. Из бочки стерильной трубкой или черпачком набирают в стерильную сухую колбу около 100 г сгущенного молока с сахаром. Отсюда берут навеску в 10 г и приготовляют первое разведение (1 : 10), как указано выше.

6. Из приготовленного таким образом первого разведения готовят все необходимые последующие разведения обычным методом (перенесением 1 см³ разводки в пробирку с 9 см³ стерильной воды).

б) Сгущенное молоко стерилизованное

1. От каждой варки отбирают две банки сгущенного стерилизованного молока, обмывают их теплой водой, насухо вытирают и проверяют на герметичность. Негерметичные банки дальнейшему испытанию не подлежат. Отобранные герметичные банки по две от варки выдерживают в термостате при 37° в течение восьми дней и исследуют отдельно каждую.

2. По истечении срока термостатной выдержки банки охлаждают до комнатной температуры и подвергают внешнему осмотру.

При наличии вздутия крышки или донышка, не спадающего при нажиме пальцами, или снова восстанавливающегося после нажима, или передающегося на другой конец, банка считается бомбажной. Бомбажные банки также не подлежат анализу.

3. Вскрытие банок для бактериологического анализа производят в специально приспособленных для проведения стерильных работ боксах (комнатах), где обеспечивается абсолютная чистота и стерильность.

4. Перед вскрытием банки встряхивают и протирают спиртом. Верхнюю крышку банки обжигают над пламенем горелки или горящей, смоченной в спирте ватой (зажатой пинцетом).

5. Вскрытие банок производят с помощью острого пробойника-копья.

6. 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 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 банку накрывают стерильной половинкой чашки Петри.

7. Из нормальных банок (герметичных и внешне неизмененных) тотчас же после вскрытия делают посев одной петли сгущенного стерилизованного молока в пробирку с наклонным мясо-пептонным агаром и 1 см³ стерилизованного молока в чашку Петри на мясо-пептонный агар.

После посева одной петли и 1 см³ сгущенного стерилизованного молока на мясо-пептонный агар делают навеску молока в количестве 10 г в стерильную сухую колбу и добавляют 90 см³ стерильной воды (подогретой до 37—40°). Растворяют взбалтыванием и получают первое разведение (1 : 10).

### в) Сухое молоко

1. Из ящика или барабана берут пробу сухого молока в количестве около 20 г из разных мест стерильной ложкой в стерильную сухую колбу, закрывающуюся ватной пробкой.

2. Перед взятием навески из отобранной пробы (из крупной тары) или непосредственно из вскрытой маленькой жестяной банки сухое молоко перемешивается стерильной ложкой.

3. Навеску сухого молока в количестве 1 г делают во взвешенный сухой стерильный бюкс и пересыпают ее при помощи стерильной ложки или шпателя в пробирку с 9 см³ стерильной воды, подогретой до 37—40°. Взбалтывают до возможно более полного растворения (5—10 мин.).

4. Из приготовленного таким образом первого разведения (1 : 10) готовят все последующие разведения.

## 2. ОБЪЕМ АНАЛИЗОВ И ВЫБОР СТЕПЕНИ РАЗВЕДЕНИЯ ДЛЯ ПОСЕВОВ МОЛОЧНЫХ КОНСЕРВОВ НА РАЗЛИЧНЫЕ СРЕДЫ

Согласно стандартам на различные молочные консервы последние подлежат следующим бактериологическим исследованиям:

1. В сгущенном молоке с сахаром определяется общее количество бактерий и количество бактерий кишечной палочки (Bacterium coli commune).

2. В какао со сгущенным молоком производятся те же определения.

3. В кофе со сгущенным молоком производятся те же определения.

4. В сгущенном молоке стерилизованном — проба на стерильность.

5. В сухом молоке — общее количество бактерий.

**Примерные разведения для посевов**

| Наименование продукта | Разведения | |
|---|---|---|
| | для определения общего количества бактерий | для определения бактерий кишечной палочки |
| 1. Сгущенное молоко с сахаром | 1/10, 1/100, 1/1000 | 1 см³, 1/10, 1/100 |
| 2. Какао со сгущенным молоком | 1/100, 1/1000, 1/10000 | 1 см³, 1/10, 1/100, 1/1000 |
| 3. Кофе со сгущенным молоком | 1/10, 1/100, 1/1000 | 1 см³, 1/10, 1/100 |
| 4. Сгущенное молоко стерилизованное | Одна петля в пробирку на наклонный мясо-пептонный агар, 1 см³, 1/10—в чашки Петри на мясо-пептонный агар | |
| 5. Сухое молоко: | | |
| а) распылительное | 1/100, 1/1000, 1/10000 | |
| б) пленочное | 1/10, 1/100, 1/1000 | |

## 3. ОБЩЕБАКТЕРИОЛОГИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

### а) Испытание на стерильность сгущенного молока стерилизованного

Герметичные банки со сгущенным стерилизованным молоком выдерживают в термостате при 37° в течение восьми дней. После выдержки банки не должны бомбировать и молоко не должно обнаруживать никаких изменений во вкусе и запахе, свертывания, газообразования и других порочных изменений. При посеве сгущенного стерилизованного молока после термостатной выдержки на мясо-пептонный агар (в пробирки и чашки Петри) отсутствие роста колоний в течение трех-четырех дней при 37° является показателем стерильности этого консерва.

б) Определение общего количества бактерий посевом на мясо-пептонный агар в чашки Петри

1. Посев производится не менее чем из трех разведений. Выбор степени разведения зависит от предполагаемой степени загрязненности продукта. Каждое из разведений должно быть засеяно в количестве 1 см³ на одну чашку Петри.

2. Выращивание. После посевов чашки Петри выдерживаются в перевернутом виде в термостате при 37° в течение не менее 48 час. Посевы молока, исследуемого после длительного хранения, выдерживаются не менее 72 час.

3. Счет колоний ведется с помощью лупы. Полученные при счете числа увеличиваются соответственно примененным разведениям.

В качестве окончательного результата служит среднее арифметическое, полученное для чисел при счете колоний на всех засеянных чашках Петри.

в) Определение количества бактерий кишечной палочки (Bact. coli commune)

1. Определение количества кишечной палочки производится посевом на среду Булира с последующей идентификацией. Внутри пробирок со средой Булира помещены бродильные пробирочки для собирания газа.

2. Посев. Производится, как обычно, в три параллельные пробирки каждого разведения. При посеве неразведенного сгущенного молока вносят в три параллельные пробирки (с выдуванием и промыванием пипетки средой) по 1 см³ сгущенного молока из банки или из отобранного из бочки образца.

При посеве неразведенного сухого молока всыпают в три параллельные пробирки навески по 1 г, сделанные в стерильном бюксе.

Для посева 1 см³ сгущенного молока или 1 г сухого молока среды Булира берется не менее 10 см³ в большую пробирку. Для остальных разведений берется по 3—4 см³ среды Булира в нормальные пробирки.

3. Выращивание. Посевы ставятся в термостат при 37° на 48 час. В присутствии бактерий группы Coli Aerogenes происходит выделение газа.

Примечание. Так как при внесении в среду Булира 1 см³ сгущенного или 1 г сухого молока и даже 0 1 см³ сгущенного или 0,1 г сухого молока заметно изменяется состав среды, иногда могут быть получены неправильные результаты. Так, например, может образоваться газ при посеве высших разведений, отсутствуя при посеве целого кубика сгущенного или 1 г сухого молока. В этом случае следует из пробирок с посевом 1 см³ сгущенного или 1 г сухого молока, не давших газообразования, и из пробирок с посевами высших разведений, давших газообразование, сделать пересев петлей еще раз в среду Булира.

4. Идентификация. Для определения типичного для фекальных загрязнений Bact. coli commune необходимо проделать идентификацию бактерий из тех пробирок, в которых накопился газ и появилась муть. Из этих пробирок делают посев на агар Эндо. Bact. coli commune на этой среде образует красные колонии с металлическим блеском через 24 часа при 37°. Некоторые расы дают колонии позднее. В таких случаях чашки следует продержать в термостате еще 24 часа. Две-три колонии следует выделить на наклонный мясо-пептонный агар. Выделенные культуры подвергают дальнейшему исследованию, а именно: отвивают на 1) пептонную воду, 2) среду Булира, 3) среду Кларка.

Пробирки со средой Булира ставят в термостат с температурой 43—45°, а с пептонной водой и средой Кларка — на 37°.

Типичным Bact. coli commune теплокровных животных считают тот вид, который:

1. Морфологически соответствует кишечной палочке.

2. Обладает подвижностью, хотя бы мало выраженной (через 12—15 час.).

3. Не окрашивается по Граму.

4. Образует индол не позднее чем через 72 часа (в пептонной воде).

5. Вызывает брожение с образованием газа на манните при 43—45°.

6. Дает окраску с метилрот.

7. Не дает реакции Фогес-Проскауэра.

Реакция на определение индола. К 2—2,5 см³ пептонной воды, выдержанной в термостате от 48 до 72 час. при 37°, прибавляют 1—1,5 см³ эфира, хорошо взбалтывают, оставляют стоять, пока не прояснится слой эфира (для ускорения можно прибавить несколько капель спирта), и прибавляют в ту же пробирку 10—15 капель реактива Эрлиха (приливают по стенке пробирки). Оставляют в покое 10—15 мин. Следы индола обнаруживаются красным кольцом в месте соприкосновения обеих жидкостей.

Примечание. Некоторые сорта пептона с реактивом Эрлиха дают розовое окрашивание, поэтому следует предварительно проверить пептон. Для этого пробирку с пептонной водой заражают чистой культурой Bact. coli commune и после соответствующей термостатной выдержки производят реакцию на индол. Параллельно производят эту реакцию в пробирке с незараженной пептонной водой. Незараженная пептонная вода не должна давать при этом розового окрашивания. В случае отсутствия чистого пептона, годного для приготовления пептонной воды, рекомендуется изготовление пептонного бульона Готтингера.

Реакция с метилротом. К 5 см³ культуры, выращенной на среде Кларка при 37° в течение четырех дней, прибавляют 5 капель метилрота. Появление желтой окраски считается отрицательной реакцией и обозначается (—). Появление красной окраски в среде считается положительной реакцией и обозначается (+).

Реакция Фогес-Проскауэра. К оставшимся от определения с метилротом 5 см³ культуры на среде Кларка добавляют 5 см³ 10%-ного едкого калия и ставят в термостат при 37° на ночь. Появление эозиновокрасной окраски среды считается положительной реакцией (+), отсутствие таковой — отрицательной (—).

Различие между подгруппой Coli и подгруппой Aerogenes представлено на следующей таблице:

| Подвижность | Эндо | Булир при 43—45° | Индол | Метилрот | Проскауэр | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| + | + | + | + | + | — | Bact. coli commune |
| — | + | + | — | — | + | Bact. Aerogenes |

## 4. РЕЦЕПТУРА И СПОСОБЫ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПИТАТЕЛЬНЫХ СРЕД

При изготовлении сред точно устанавливается реакция их. Так, для мясо-пептонного агара необходимо pH 6,8—7, для мясо-пептонной желатины pH 7—7,8.

Ввиду того что среды на мясо-пептонном бульоне всегда кислые, для получения такой реакции в изготовленную среду небольшими порциями добавляют 10%-ный раствор соды, доводя среду до нужной реакции.

Для установления реакции среды рекомендуется употребление бромтимоловой сини, приготовленной в виде 0,04%-ного спиртового раствора. При прибавлении двух-трех капель раствора бромтимоловой сини к небольшому количеству проверяемой среды последняя изменяет свою окраску следующим образом: в кислой среде получается желтая окраска, а в щелочной — синяя. При pH 6—7,6 среда меняет окраску с желтой на зеленую и далее на синезеленую. Для необходимого в мясо-пептонном агаре pH 6,8—7 окраска должна получиться зеленая, а для pH 7—7,8, необходимого для мясо-пептонной желатины, окраска должна получиться синезеленая.

Для обеспечения стерильности сред необходимо обязательное соблюдение режима стерилизации, указанного для каждой среды.

Все среды перед употреблением их для посевов должны быть проверены на стерильность путем термостатной выдержки в течение пяти суток при 37°.

### *а) Мясо-пептонный агар из мяса*

Мясо, освобожденное от жира, сухожилий и костей, пропускают через мясорубку, взвешивают, после чего его смешивают с двойным количеством водопроводной воды (последняя отмеривается по объему). Сюда же прибавляют пептона 1% и поварен-

ной соли 0,5%. Смесь экстрагируют на холоду в течение суток (для ускорения процесса подогревают при 50° в течение часа) и затем кипятят 30 мин. После кипячения бульон в горячем состоянии фильтруют через двойной бумажный фильтр, фильтрат измеряют и добавляют водопроводной водой до первоначального объема.

Устанавливают нейтральную реакцию с pH около 7. Так как естественный бульон всегда бывает кислым, то его подщелачивают 10%-ным раствором соды (в случае излишнего введения соды среда вновь подкисляется молочной кислотой). Добавляют 2—3% отечественного агар-агара, который должен быть предварительно разрезан на кусочки.

После прибавления к бульону агара его плавят при 1 атм. в течение 20 мин., фильтруют через вату, разливают по пробиркам и стерилизуют при 1 атм. 20 мин. (при 120°).

*б) Мясо-пептонный агар из мясного экстракта*

На 1000 см³ водопроводной воды берут (в г):

| | |
|---|---|
| мясного экстракта | 10 |
| пептона | 10 |
| поваренной соли | 5 |
| рафинада | 5 |

Растворяют (нагреванием до кипения) и добавляют 2—3% отечественного агар-агара. Расплавляют в автоклаве при 1 атм., устанавливают реакцию pH около 7 и выдерживают в текучем пару 10 мин.

Затем фильтруют через вату, добавляют 10 см³ дрожжевой воды, разливают по пробиркам и стерилизуют 20 мин. при 1 атм. (при 120°).

*в) Приготовление дрожжевой воды*

250 г прессованных дрожжей настаивают на 1 л воды в течение 1—1,5 суток при комнатной температуре — первые 12 час. при частом взбалтывании, затем в спокойном состоянии. Жидкость сливают с осадка, отфильтровывают, разливают в пробирки по 10 см³ и стерилизуют дважды с промежутком в два дня в текучем пару. На 1 л приготовленного агара перед разливанием в пробирки прибавляют 10 см³ дрожжевой воды.

*г) Среда Булира (без окраски)*

На 1000 см³ воды берут (в г):

| | |
|---|---|
| мясного экстракта | 10 |
| пептона | 10 |
| поваренной соли | 5 |

Растворяют (на огне), затем добавляют 10 г маннита, устанавливают нейтральную реакцию, фильтруют, разливают по пробиркам, в которые предварительно вставлены маленькие бродильные пробирочки, и стерилизуют 10 мин. при 1 атм.

Примечание. В случае отсутствия маннита при определении титра брожения допускается заменять его глюкозой, но при посеве сгущенного молока в случае наличия брожения, при дальнейшей индентификации Bact. coli commune теплокровных животных, обязательно употреблять среду Булира, приготовленную с маннитом.

## 5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СРЕД И РЕАКТИВОВ ДЛЯ ИДЕНТИФИКАЦИИ Bact. coli commune

### Среда Эндо

Готовится 3%-ный нейтральный мясо-пептонный агар на импортном или архангельском агар-агаре. К расплавленному агару прибавляют на 1 л мясо-пептонного 3%-ного агара:

1. 10 см³ 10%-ного водного раствора соды.
2. 10 г молочного сахара (предварительно молочный сахар растворить в небольшом количестве воды).
3. 5 см³ свежеприготовленного насыщенного спиртового раствора фуксина (отчего среда краснеет).
4. 25 см³ 10%-ного водного раствора сернистокислого натрия (прибавляют после фуксина).

Примечание. В горячем виде агар должен быть красно-розовым, а когда он стынет, то должен стать почти бесцветным. Среда Эндо долго не сохраняется, поэтому следует готовить ее небольшими порциями.

### Среда Кларка

300 см³ дестиллированной воды
5 г пептона
5 г химически чистой глюкозы
5 г $K_2HPO_4$

Смесь нагревается в водяной бане 20 мин. при помешивании, затем профильтровывается через складчатый фильтр, охлаждается до 20° и доводится водой до литра. Разливается в пробирки по 10 см³ и стерилизуется по 20 мин. в текучем пару.

### Пептонная вода

К 1000 см³ водопроводной воды добавляют 10 г пептона и стерилизуют в автоклаве при 1 атм. в течение 10 мин.

### Рецепт приготовления бульона Готтингера

1. Мяса 1 кг.
2. Воды водопроводной 2 л.
3. Соды 1,5 г (до слабощелочной реакции; если мало, то прибавляют еще раствор соды).

4. Панкреатической железы 70—80 г, или панкреакрина 20—25 г, или панкреатина 12 г.

5. Хлороформа 30—40 см³.

Мясо режется мелкими кусочками, опускается в кипящую воду и кипятится 10 мин. Жидкость сливается в бутыль, а мясо пропускается через мясорубку и тоже складывается в бутыль; охлаждается до 35—40° и добавляется сода, панкреакрин или панкреатин и хлороформ (15 см³ на 1 л). Смесь ставится в термостат при 37° на четыре-пять дней, и если исчезает запах хлороформа, то хлороформ добавляется. По окончании этого срока проверяется реакция на пептон (биуретовая реакция) и к 1 л отфильтрованной среды добавляют:

| | |
|---|---|
| воды . . . . . | 4 л |
| соли . . . . . | 25 г (или 0,5%) |
| $K_2HPO_4$ . . . . . | 0,2 г на 1 л бульона |

Реакция бульона должна быть слабощелочная (по бромтимолблау — зеленая).

Приготовленный таким образом бульон разливается по пробиркам и стерилизуется 10 мин. при 120°.

### Раствор метилрота

0,1 г метилрота растворяется в 300 см³ этилового спирта и добавляется дестиллированной водой до 500 см³.

### Реактив Эрлиха

1 г парадиметиламидобензальдегида.

20 см³ HCl концентрированной.

90 см³ спирта (95°).

## 6. ПОДГОТОВКА ПОСУДЫ И МЕРНОЙ СТЕРИЛЬНОЙ ВОДЫ В ПРОБИРКАХ И КОЛБАХ

Вся новая посуда, идущая для бактериологических работ, кипятится в подкисленной воде.

Стерилизация пустой посуды производится в автоклаве при 1 атм. в течение 30 мин., после чего подсушивается в сушильном шкафу.

Заготовка стерильной воды в пробирках и колбах производится следующим образом. В пробирки наливается вода по 10 см³ автоматом Киппа, а в колбы по 93 см³ мензуркой и стерилизуется при 1 атм. в течение 20 мин.

После стерилизации воды остается обычно в пробирках по 9 см³, 90 см³, т. е. такое количество, какое необходимо при приготовлении разведений из посевного материала.

gost.e-ecolog.ru