МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33567— 2015

САХАР МОЛОЧНЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» (ФГБНУ ВНИИМС)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 2015 г. № 82—П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 08 декабря 2015 г. № 2117-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33567—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 54664—2011*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 декабря 2015 г. № 2117-ст ГОСТ Р 54664—2011 отменен с 1 июля 2016 г.

МКС 67.100.99

Поправка к ГОСТ 33567—2015 Сахар молочный. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 7 2019 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

САХАР МОЛОЧНЫЙ

Технические условия

Lactose.
Specifications

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

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

Требования, обеспечивающие безопасность молочного сахара, для жизни и здоровья людей изложены в 5.1.4 и 5.1.5, требования к качеству — в 5.1.1—5.1.3, требования к маркировке — в 5.3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 450−77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1341—97 Пергамент растительный. Технические условия

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

ГОСТ 2226—2013 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

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

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6672−75 Стекла покровные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8218—89 Молоко. Метод определения чистоты

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

ГОСТ 9284−75 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 12026−76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12302−2013 Пакеты из полимерных и комбинированных материалов. Общие технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 14192−96 Маркировка грузов

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

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

ГОСТ 16337—77 Полиэтилен высокого давления. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

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

ГОСТ 23452—2015 Молоко и молочные продукты. Методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов

ГОСТ 23651—79 Продукция молочная консервированная. Упаковка и маркировка

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

ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные и молочные составные, молокосодержащие продукты

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 30305.3—95 Консервы молочные сгущенные и продукты молочные сухие. Титриметрические методики выполнения измерений кислотности

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

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

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

ГОСТ 31502—2012 Молоко и молочные продукты. Микробиологические методы определения наличия антибиотиков

ГОСТ 31628—2012 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка

ГОСТ 31659—2012 (ISO 6579:2002) Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella

ГОСТ 31694—2012 Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания антибиотиков тетрациклиновой группы с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором

ГОСТ 32161—2013 Продукты пищевые. Метод определения содержания цезия Cs-137

ГОСТ 32163—2013 Продукты пищевые. Метод определения содержания стронция Sr-90

ГОСТ 32164—2013 Продукты пищевые. Метод отбора проб для определения стронция Sr-90 и цезия Cs-137

ГОСТ 32901—2014 Молоко и молочные продукты. Методы микробиологического анализа

ГОСТ 33526—2015 Молоко и продукты переработки молока. Методика определения содержания антибиотиков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

ГОСТ 33566—2015 Молоко и молочная продукция. Определение дрожжей и плесневых грибов

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины в соответствии с [1], [2].

4 Классификация

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

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

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

- на обычный;
- мелкокристаллический.

5 Технические требования

5.1 Основные показатели и характеристики

5.1.1 Молочный сахар производят в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, по технологической инструкции с соблюдением требований санитарного законодательства государства, принявшего стандарт.

5.1.2 По органолептическим показателям молочный сахар должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика показателя для молочного сахара					
	Фармакопейного	рафинированного		пищевого		технического (сырца)
		обычного	мелкокристаллического	обычного	Мелкокристаллического	
Внешний вид	Кристаллический, свободно пересыпающийся порошок					
Цвет	Белый, однородный по всей массе			От белого до светло-желтого, однородный по всей массе		От светло-желтого до кремового, однородный по всей массе
Вкус и запах	Слегка сладковатый, без запаха					
Размер кристаллов	От 50 мкм до 300 мкм		От 3 мкм до 4 мкм не менее 70 %, единичные кристаллы не более 10 мкм	—	От 3 мкм до 4 мкм не менее 70 %, единичные кристаллы не более 10 мкм	—

5.1.3 По физико-химическим показателям молочный сахар должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

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

5.1.4 По микробиологическим показателям молочный сахар должен соответствовать нормам, установленным [1], [2] и указанным в таблице 3.

Таблица 3

Наименование показателя		Значение для молочного сахара			
			рафинированного		пищевого
		фармакопейного	обычного	мелкокристаллического	обычного и мелкокристаллического
КМАФАнМ, КОЕ/г, не более		$1 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^4$	$1 \cdot 10^4$
Масса продукта (г), в которой не допускаются:	БГКП (колиформы)	1,0	1,0	1,0	0,1
	патогенные, в том числе сальмонеллы	25			
	стафилококки S. aureus	1,0			
Плесневые грибы, КОЕ/г, не более		10	100		
Дрожжи, КОЕ/г, не более		Не допускаются	50		

5.1.5 По показателям безопасности (содержанию потенциально опасных веществ) молочный сахар должен соответствовать нормам, установленным [1], [2].

5.2 Требования к сырью

5.2.1 Сырье и технологические вспомогательные средства, используемые для изготовления молочного сахара, по показателям безопасности должны соответствовать требованиям [1]–[3], а также санитарным правилам и нормам, гигиеническим нормативам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

5.2.2 Для изготовления молочного сахара используют следующее сырье и технологические вспомогательные средства;

- сыворотка молочная по [1];

- концентраты бактериальные термофильных молочнокислых палочек вида *Lactobacillus lactic*, *Lactobacillus helveticus* или *Lactobacillus bulgaricus*, обеспечивающие получение молочного сахара, соответствующего требованиям настоящего стандарта;
- гидроокись натрия (Е524) по ГОСТ 4328;
- натрий углекислый кислый (Е500) по ГОСТ 4201;
- гидросульфит натрия (Е222);
- уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453;
- кизельгур;
- пеногасители, разрешенные к применению в пищевой промышленности в установленном порядке;
- вода питьевая по документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

5.2.3 Допускается использование аналогичного сырья и технологических вспомогательных средств, не уступающих по качественным характеристикам, перечисленным в 5.2.2 и соответствующих по показателям безопасности нормам, установленным [1]–[3].

5.3 Маркировка

5.3.1 Информацию, соответствующую требованиям [1] и [4], наносят на транспортную упаковку с помощью этикетки или трафарета, или маркиратора, или другого приспособления, обеспечивающего четкое ее прочтение.

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

5.3.2 Информационные данные о пищевой и энергетической ценности приведены в приложении А.

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

5.3.4 Маркировка молочного сахара, отправляемого в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, — по ГОСТ 15846.

5.4 Упаковка

5.4.1 Упаковочные материалы и транспортная упаковка, используемые для упаковывания молочного сахара, должны соответствовать требованиям [1], [5] и документов, в соответствии с которым они произведены; должны обеспечивать сохранность качества и безопасности молочного сахара при перевозках, хранении и реализации.

5.4.2 Молочный сахар (кроме мелкокристаллического) упаковывают в транспортную упаковку в соответствии с требованиями ГОСТ 23651 — в бумажные мешки по ГОСТ 2226, многослойные, марки НМ с мешками-вкладышами пленочными по ГОСТ 19360, или марки НМ(п), типа I-2 или II-1.

Допускается изготавливать мешки-вкладыши из пленки или рукавов полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354, марки М, толщиной от 0,04 до 0,08 мм; из полиэтилена высокого давления по ГОСТ 16337, нестабилизированного, марки 15803-020 или других аналогичных материалов, разрешенных для упаковывания пищевых продуктов.

5.4.3 Мелкокристаллический молочный сахар упаковывают в пакеты из полимерной пленки по ГОСТ 10354 или пакеты из полимерных материалов по ГОСТ 12302 или других аналогичных материалов, разрешенных для упаковывания пищевых продуктов.

Масса нетто одной упаковочной единицы — 3 или 5 кг.

5.4.4 Пакеты с мелкокристаллическим молочным сахаром укладывают в транспортную упаковку — в бумажные мешки по ГОСТ 2226, многослойные, марки НМ с мешками-вкладышами пленочными по ГОСТ 19360, или марки НМ(п), типа I-2 или II-1.

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

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

5.4.7 Пределы допускаемых отрицательных отклонений массы нетто от номинальной массы нетто — по ГОСТ 8.579.

5.4.8 Допускается использование аналогичных упаковочных материалов и транспортной упаковки, разрешенных для контакта с пищевыми продуктами.

5.4.9 Упаковка молочного сахара, отправляемого в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, — по ГОСТ 15846.

6 Правила приемки

6.1 Правила приемки — по ГОСТ 26809.1.

6.2 Молочный сахар контролируют по показателям качества и безопасности, предусмотренным в разделе 5, в соответствии с программой производственного контроля, утвержденной в установленном порядке.

7 Методы контроля

7.1 Методы отбора и подготовка проб к анализам

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 26809.1, ГОСТ 26929, ГОСТ 32164, ГОСТ 32901.

7.2 Внешний вид упаковки, правильность маркировки и определение массы нетто

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

7.3 Определение органолептических показателей

7.3.1 Определение внешнего вида и цвета

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

7.3.2 Определение вкуса и запаха

7.3.2.1 Оборудование

Ступка 4 с пестиком 2 по ГОСТ 9147.

Ложка чайная металлическая.

7.3.2.2 Проведение испытания

Пробу молочного сахара растирают пестиком в ступке и определяют запах.

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

7.4 Определение размера кристаллов молочного сахара

7.4.1 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Микроскоп световой микробиологический.

Объект-микрометр.

Окуляр-микрометр (микрометрическая линейка).

Палочки стеклянные.

Петля бактериологическая.

Стекла предметные для микропрепаратов по ГОСТ 9284.

Стекла покровные по ГОСТ 6672.

Пипетки 1—1(2)—1(2) по ГОСТ 29169.

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

Масло иммерсионное для микроскопии по ГОСТ 13739.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7.4.2 Подготовка к проведению измерения

7.4.2.1 Подготовка суспензии

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

7.4.2.2 Подготовка микроскопа

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

7.4.3 Проведение измерения

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

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

7.4.4 Обработка результатов

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

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

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

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

100 — количество просмотренных кристаллов молочного сахара, шт.

7.4.4.2 Массовую долю кристаллов *N,* %, мелкокристаллического рафинированного и пищевого молочного сахара размером свыше 3 мкм до 4 мкм вычисляют по формуле

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

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

100 — количество просмотренных кристаллов молочного сахара, шт.

7.5 Определение массовой доли альфамоногидрата лактозы

Массовую долю альфамоногидрата лактозы *X*, %, вычисляют по формуле

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

где W — массовая доля влаги, определяемая по 7.6, %;

X_1 — массовая доля белка, определяемая по 7.7, %;

X_2 — массовая доля золы, определяемая по 7.8, %.

7.6 Определение массовой доли влаги

7.6.1 Сущность метода

Метод основан на изменении массы анализируемой пробы продукта под воздействием температуры.

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

7.6.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г и ± 0,0001 г.

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

Часы механические по ГОСТ 3145.

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

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

Щипцы тигельные.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, безводный, прокаленный.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7.6.3 Подготовка к проведению измерения

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

7.6.4 Проведение измерения

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

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

Продолжительность высушивания всех видов молочного сахара составляет 2 ч.

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

7.6.5 Обработка результатов

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

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

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

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

m_2 — масса стаканчика с крышкой, г.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений.

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

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

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

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

7.7 Определение массовой доли белка

7.7.1 Сущность метода

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

7.7.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0001 г, ± 0,001 г, ± 0,01 г и ± 0,1 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

Часы механические по ГОСТ 3145.

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

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

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

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

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

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

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

Бюретки I—1—1—5(10)—0,02 по ГОСТ 29251.

Холодильник ХШ—3—200 по ГОСТ 25336.

Аллонж АИ-19/26—60 по ГОСТ 25336.

Капельница из темного стекла.

Посуда стеклянная из темного стекла с плотно закрывающейся крышкой.

Блок алюминиевый с гнездами для пробирок и колб Кьельдаля.

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Метиловый красный.

Метиловый оранжевый.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х. ч.

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

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

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

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

7.7.3 Подготовка к проведению измерения

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

Индикаторы, применяемые при титровании, готовят следующим образом.

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

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

Растворы хранят в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.7.3.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой доли 40 %

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

Раствор хранят — не более 6 мес.

7.7.3.3 Приготовление смеси катализатора и инертной соли

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

Смесь хранят в герметически закрытой посуде — не более 1 года.

7.7.3.4 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации 0,005 моль/дм^3

Раствор серной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм^3 готовят из стандарт-титра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 согласно инструкции по его приготовлению.

Затем 100 см^3 приготовленного раствора серной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм^3 количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 1 мес.

7.7.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 готовят из стандарт-титра согласно инструкции по его приготовлению.

Затем 100 см^3 приготовленного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Уточняют молярную концентрацию приготовленного раствора титрованием. Для этого к 20 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,005 моль/дм^3 добавляют три капли индикатора (метилового красного или метилового оранжевого) и титруют приготовленным раствором гидроокиси натрия.

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

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

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

7.7.4 Проведение измерения

7.7.4.1 Минерализация

1,000 г молочного сахара переносят в колбу Кьельдаля вместимостью 500 см^3, помещают несколько стеклянных бусинок или кусочков фарфора, добавляют 8,0 г смеси катализатора и инертной соли, осторожно вливают 20 см^3 концентрированной серной кислоты. Колбу закрывают грушеобразной стеклянной пробкой или воронкой и осторожно круговыми движениями перемешивают содержимое.

Колбу Кьельдаля помещают в гнездо металлического блока на электрической плитке в наклонном положении под углом 45°, устанавливают регулятор нагрева плитки в среднее положение и приступают к нагреванию до прекращения пенообразования, пока содержимое колбы не станет жидким. После прекращения бурного вспенивания содержимого колбы устанавливают регулятор нагрева плитки в положение, соответствующее температуре 450 °С. При минерализации пробы кипящая кислота должна конденсироваться в середине горловины колбы Кьельдаля. Периодически содержимое колбы перемешивают, смывая обуглившиеся частицы со стенок колбы. Минерализацию продолжают до тех пор, пока жидкость не станет прозрачной, слегка голубоватой. После осветления раствора нагревание продолжают еще в течение 1,5 ч, после чего колбе дают остыть до температуры (20 ± 5) °С. Затем небольшими порциями осторожно добавляют (150 ± 20) $см^3$ дистиллированной воды.

7.7.4.2 Отгонка аммиака

В коническую приемную колбу отмеривают 20 $см^3$ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,005 моль/$дм^3$ по 7.7.3.4, добавляют три капли индикатора метилового красного или метилового оранжевого по 7.7.3.1 и тщательно перемешивают.

Примечание — При анализе пробы технического молочного сахара (сырца) объем серной кислоты в приемной колбе удваивают (до 40 $см^3$).

Приемную колбу соединяют с холодильником с помощью аллонжа и резиновой пробки так, чтобы конец аллонжа был ниже поверхности раствора серной кислоты в ней. Колбу Кьельдаля соединяют с холодильником при помощи каплеуловителя, проходящего через одну пробку с делительной (капельной) воронкой. При помощи цилиндра отмеривают 80 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и через воронку вносят его в колбу Кьельдаля. После вливания немедленно закрывают кран воронки во избежание потери образующегося аммиака.

Содержимое колбы Кьельдаля осторожно перемешивают круговыми движениями и нагревают до кипения. Степень нагрева регулируют таким образом, чтобы кипение в колбе было спокойным, равномерным. Необходимо следить за степенью охлаждения паров аммиака в холодильнике, регулируя ее количеством воды, проходящей через него.

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

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

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

7.7.4.3 Титрование

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

Проводят не менее двух параллельных измерений.

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

Проводят не менее двух контрольных испытаний.

7.7.5 Обработка результатов

Массовую долю белка X_1, %, вычисляют по формуле

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

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

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

K — поправочный коэффициент концентрации раствора гидроокиси натрия;

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

100 — коэффициент для перевода полученного результата в %;

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

m — масса пробы молочного сахара, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака

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

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

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

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

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

7.8 Определение массовой доли золы

7.8.1 Сущность метода

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

7.8.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Часы механические по ГОСТ 3145.

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

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

Щипцы тигельные.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7.8.3 Проведение измерения

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

7.8.4 Обработка результатов

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

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

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

m_2 — масса тигля, г;

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

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

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

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

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

7.9 Определение массовой доли хлоридов

7.9.1 Сущность метода

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

7.9.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0001 г, ± 0,001 г.

Анализатор потенциометрический типа I по ГОСТ 19881.

Часы механические по ГОСТ 3145.

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

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

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

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

Штатив для пробирок.

Посуда стеклянная с плотно закрывающейся крышкой.

Груша резиновая.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.д.а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч.д.а.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

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

7.9.3 Подготовка к проведению измерения

7.9.3.1 Приготовление раствора аммиака

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

Раствор хранят в плотно закрытой посуде при комнатной температуре не более 1 мес.

7.9.3.2 Приготовление раствора азотной кислоты

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

Раствор хранят не более 6 мес.

7.9.3.3 Приготовление раствора азотнокислого серебра массовой доли 2 %

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

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

7.9.3.4 Приготовление основного и контрольного растворов хлор-иона

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

Основной раствор хранят в стеклянной посуде с плотно закрывающейся крышкой не более 1 мес.

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

Контрольный раствор используют только свежеприготовленным.

7.9.3.5 Приготовление раствора молочного сахара

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

Раствор применяют только свежеприготовленным.

7.9.3.6 Приготовление раствора сравнения

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

Раствор применяют только свежеприготовленным.

7.9.4 Проведение измерения

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

7.9.5 Обработка результатов

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

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

7.10 Определение титруемой кислотности

7.10.1 Сущность метода

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

7.10.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы по ГОСТ 30305.3.

7.10.3 Проведение измерения

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

7.10.4 Обработка результатов

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

10 — для фармакопейного и рафинированного молочного сахара;

20 — для пищевого и технического молочного сахара.

Результат вычислений округляют до целых чисел.

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

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

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

7.11 Определение удельного вращения плоскости поляризации

7.11.1 Сущность метода

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

7.11.2 Средства измерения и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г.

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

Часы механические по ГОСТ 3145.

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

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

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

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

7.11.3 Подготовка к проведению измерения

7.11.3.1 Приготовление раствора молочного сахара

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

Раствор применяют только свежеприготовленным.

7.11.3.2 Приготовление раствора аммиака

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

Раствор хранят в плотно закрытой посуде при комнатной температуре не более 1 мес.

7.11.4 Проведение измерения

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

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

7.12 Определение индекса растворимости

7.12.1 Сущность метода

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

7.12.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

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

Баня водяная.

Часы механические по ГОСТ 3145.

Пробирки П—1—10—0,1-ХС по ГОСТ 1770.

Штатив для пробирок.

Пипетка 1(2)—1(2)—10 по ГОСТ 29228.

Пробки резиновые.

Палочки стеклянные.

Пергамент растительный по ГОСТ 1341.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7.12.3 Подготовка к проведению измерения

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

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

7.12.4 Проведение измерения

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

центрифуги 1000 об/мин.

7.12.5 Обработка результатов

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

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

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

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

7.13 Определение группы чистоты

7.13.1 Сущность метода

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

7.13.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Образец сравнения для определения группы чистоты по ГОСТ 8218.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

Цилиндр мерный 1—250—1 по ГОСТ 1770.

Пергамент растительный по ГОСТ 1341.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7.13.3 Проведение измерения

К 30,00 г молочного сахара приливают 220 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают на электрической плитке до температуры (65 ± 5) °С до полного растворения молочного сахара и фильтруют.

По окончании фильтрования фильтр помещают на лист пергамента и просушивают на открытом воздухе, предохраняя от попадания пыли.

7.13.4 Обработка результатов

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

7.14 Определение микробиологических показателей:

- количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов и бактерий группы кишечных палочек — по ГОСТ 32901;
- Staphylococcus aureus — по ГОСТ 30347;
- патогенных микроорганизмов, в том числе сальмонелл — по ГОСТ 31659;
- дрожжей и плесневых грибов — по ГОСТ 33566.

7.15 Определение токсичных элементов:

- свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538;
- мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ 30538, ГОСТ 31628;
- кадмия — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538;
- ртути — по ГОСТ 26927.

7.16 Определение микотоксинов

Определение содержания микотоксинов (афлатоксина M_1) - по ГОСТ 30711 и документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

7.17 Определение антибиотиков

Определение содержания антибиотиков — по ГОСТ 31502, ГОСТ 31694, ГОСТ 33526.

7.18 Определение пестицидов

Определение содержания пестицидов — по ГОСТ 23452.

7.19 Определение диоксинов и меламина

Определение диоксинов и меламина — по документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

7.20 Определение радионуклидов

Определение содержания радионуклидов — по ГОСТ 32161, ГОСТ 32163.

8 Транспортирование и хранение

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

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

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

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

8.4 Срок годности молочного сахара (кроме мелкокристаллического) — не более 12 мес.

Срок годности мелкокристаллического молочного сахара — не более 6 мес.

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

Приложение А
(справочное)

Пищевая и энергетическая ценность 100 г молочного сахара

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

Таблица А.1

Наименование молочного сахара	Белок, г	Углеводы, г	Энергетическая ценность (калорийность)	
			кДж	ккал
Фармакопейный	0,05	99,1	1660	396,6
Рафинированный обычный	0,1	98,6	1653	394,8
Рафинированный мелкокристаллический	0,1	98,5	1651	394,4
Пищевой обычный	1,0	95,7	1619	386,8
Пищевой мелкокристаллический	1,0	95,6	1618	386,4
Технический (сырец)	1,9	93,1	1591	380,0

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции», принятый Решением Совета Евразийской Экономической комиссии № 67 от 9 октября 2013 г.

[2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции», утвержденный Решением Комиссии Таможенного союза № 880 от 9 декабря 2011 г.

[3] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств», принятый Решением Совета Евразийской экономической комиссии № 58 от 20 июля 2012 г.

[4] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 «Пищевая продукция в части ее маркировки», утвержденный Решением Комиссии Таможенного союза № 881 от 9 декабря 2011 г.

[5] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки», утвержденный Решением Комиссии Таможенного союза № 769 от 16 августа 2011 г.

УДК 637.345:006.354 МКС 67.100.99

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

Редактор *М.Е. Никулина*

Корректор *Ю.М. Прокофьева*

Компьютерная верстка *Е.К. Кузиной*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 2,33. Тираж 63 экз. Зак. 211.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru