ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54667— 2011

МОЛОКО И ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА

Методы определения массовой доли сахаров

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184–ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0-2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 824-ст

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2012

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Отбор и подготовка проб . . . 3
5 Условия проведения измерений . . . 3
6 Йодометрический метод . . . 3
7 Метод Бертрана . . . 8
8 Поляриметрический метод . . . 12
9 Ускоренный феррицианидный метод определения массовой доли общего сахара . . . 15
10 Определение массовой доли лактозы поляриметрическим методом . . . 18
11 Проверка приемлемости результатов определений . . . 20
12 Оформление результатов . . . 20
13 Требования безопасности . . . 21
Приложение А (обязательное) Расчет сахарозы по количеству восстановленной меди . . . 22
Приложение Б (обязательное) Расчет инвертного сахара по количеству восстановленной меди до инверсии . . . 23
Библиография . . . 23

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО И ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА

Методы определения массовой доли сахаров

Milk and milk products.
Methods for determination of sugars mass fraction

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и продукты переработки молока и устанавливает методы определения массовых долей сахаров (сахарозы, лактозы и общего сахара):

- йодометрический метод;
- метод Бертрана;
- ускоренный феррицианидный метод;
- поляриметрический метод.

Стандарт не распространяется на молочные консервы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 22—94 Сахар-рафинад. Технические условия

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый безводный. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь II сернокислая 5-водная. Технические условия
ГОСТ 4174—77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия
ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4206—75 Реактивы. Калий железосинеродистый. Технические условия
ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия
ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия
ГОСТ 5833—75 Реактивы. Сахароза. Технические условия
ГОСТ 5839—77 Реактивы. Натрий щавелевокислый. Технические условия
ГОСТ 5845—79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 8677—76 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 13928—84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу
ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия
ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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, установленные нормативным правовым актом Российской Федерации [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **йодометрический метод:** Титриметрический метод, основанный на окислении редуцирующих сахаров в щелочной среде йодом и титровании неизрасходованного йода раствором серноватистокислого натрия.

3.2 **поляриметрический метод:** Метод физических исследований, основанный на измерении степени поляризации света и угла вращения плоскости поляризации света при прохождении его через оптически активные вещества.

3.3 **метод Бертрана:** Метод, основанный на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочной среде двухвалентную медь в оксид меди (I), которую окисляют железоаммонийными квасцами с последующим титрованием восстановленного двухвалентного железа раствором калия марганцовокислого.

3.4 **феррицианидный метод:** Титриметрический метод, основанный на способности редуцирующих сахаров окисляться и восстанавливать в щелочной среде железосинеродистый калий в железистосинеродистый калий.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 13928, ГОСТ 26809.

4.2 Подготовка проб

4.2.1 Продукты без пищевкусовых добавок или содержащие пищевкусовые добавки, образующие с продуктом однородную структуру (кофе, какао, фян и т. д.), или неотделяемые пищевкусовые компоненты (кокосовую стружку, дробленые орехи и т. д.) максимально полно освобождают от упаковки, помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$ и нагревают на водяной бане до температуры (32 ± 2) °С, тщательно перемешивая шпателем до получения однородной массы, не допуская разжижения продукта и освобождаясь от воздушных пузырьков. После чего продукт помещают в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 3—5 мин при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 $мин^{-1}$ до получения однородной массы. Затем пробу охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Во избежание расслоения пробу для анализа отбирают сразу же после гомогенизации.

Творожные продукты помещают в фарфоровую ступку, тщательно перемешивают и растирают, добиваясь однородности.

4.2.2 Продукты с отделяемыми пищевкусовыми компонентами и декорированные (орехи, печенье, вафли в виде декора, глазурь, начинки в виде стержня и другие отделяемые компоненты) максимально полно освобождают от наполнителей, глазури и декора и далее подготавливают, как указано в 4.2.1.

5 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %;

атмосферное давление . . . . . (95 ± 10) кПа.

6 Йодометрический метод

6.1 Сущность метода

Метод основан на окислении редуцирующих сахаров (лактоза, глюкоза), содержащих альдегидную группу, йодом в щелочной среде. Массовую долю сахарозы определяют по разности между количеством взятого и оставшегося йода, определяемого титрованием тиосульфатом натрия до и после инверсии.

Метод применяется для определения сахарозы в молочной продукции, в рецептуру которой входит сахароза.

Метод может применяться при возникновении разногласий.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,2 мг и ± 0,002 г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Баня водяная термостатируемая.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (158 ± 2) °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Бюретки 1-1(2)-1-25-0,05, 1-1(2)-1-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы 1-250-2 ХС, 2-250-2 ХС, 1-1000-2 ТС, 2-1000-2 ТС по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-5, 2-2-5, 1-2-10, 2-2-10, 1-2-25, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-25-2, 1-100-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250-29/32 ТС, 1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-100, В-2-100, В-1-150, В-2-150 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-56-80, В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные оплавленные.

Известь натронная.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220 х. ч., раствор молярной концентрации 0,017 моль/дм^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Кальций хлористый кристаллический.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., растворы молярной концентрации c (HCl) = 7,3 моль/дм^3 и c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 и раствор, полученный разбавлением соляной кислоты дистиллированной водой в соотношении 1:5.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор.

Медь II сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х. ч. или ч. д. а.

Метиловый оранжевый (индикатор), массовой концентрацией 1,0 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., растворы молярной концентрации 0,1 и 1,0 моль/дм^3.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный ГОСТ 27068, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

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

Вода для лабораторного анализа второй степени чистоты (бидистиллированная) по ГОСТ Р 52501.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3 Подготовка к проведению измерений

6.3.1 Приготовление раствора сернокислой меди

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (69,260 ± 0,001) г перекристаллизованной сернокислой меди, не содержащей железа, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

6.3.2 Приготовление растворов гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 и c (NaOH) = 1,0 моль/дм^3

6.3.2.1 Приготовление растворов гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 1,0 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (40,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Коэффициент поправки определяют в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

6.3.2.2 Приготовление растворов гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (4,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Коэффициент поправки определяют в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

Срок хранения растворов при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.3.3 Приготовление раствора йода молярной концентрации c (J_2) = 0,1 моль/дм^3

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают 20—25 г йодистого калия с отсчетом показаний до 0,01 г и 25 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Затем добавляют (12,700 ± 0,001) г металлического йода и снова тщательно перемешивают до полного растворения йода и количественно

переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.3.4 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации *c* (HCl) = 0,5 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 300—400 см^3 дистиллированной воды и при осторожном перемешивании 42,5 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,188 г/см^3. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Коэффициент поправки определяют в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

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

К 80 см^3 дистиллированной воды добавляют 120 см^3 соляной кислоты плотностью 1,188 г/см^3 и осторожно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

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

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (24,800 ± 0,001) г тиосульфата натрия, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, прибавляют (0,200 ± 0,001) г безводного углекислого натрия и перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют также свежепрокипяченную дистиллированную воду. Охлаждают воду в колбе с закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками натронной извести.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.3.6.1 Определение массовой концентрации раствора серноватистокислого натрия

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой вносят 1—2 г йодистого калия, приливают 2—3 см^3 дистиллированной воды, затем прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, полученной разбавлением дистиллированной водой в соотношении 1:5, вносят 20 см^3 раствора двухромовокислого калия (6.3.8). Закрыв колбу пробкой, содержимое тщательно перемешивают, дают раствору постоять 5 мин, после чего титруют раствором серноватистокислого натрия (массовую концентрацию которого устанавливают), приливая его из бюретки вместимостью 25 см^3 постепенно при постоянном перемешивании. Когда коричневый цвет раствора перейдет в желтовато-зеленый, в колбу добавляют 1 см^3 1 %-ного раствора крахмала (6.3.9) и 250—300 см^3 дистиллированной воды (для более точного определения окончания титрования). Затем титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого, обусловленного ионами трехвалентного хрома.

Массовую концентрацию (титр раствора) раствора серноватистокислого натрия C_1, в пересчете на сахарозу, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{0{,}0171 \cdot 20}{V_1}, \qquad (1)$$

где 0,0171 — массовая концентрация сахарозы, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

20 — объем раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, см^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 20 см^3 раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, см^3.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

6.3.7 Приготовление раствора метилового оранжевого массовой концентрации 1,0 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (0,100 ± 0,001) г метилового оранжевого, добавляют небольшое количество дистиллированной воды температурой (75 ± 5) °С и тщательно перемешивают. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

6.3.8 Приготовление раствора двухромовокислого калия молярной концентрации $c(K_2Cr_2O_7) = 0{,}017$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 4,9038 г двухромовокислого калия, предварительно перекристаллизованного и высушенного при температуре (158 ± 2)°С, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.3.9 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

(1,000 ± 0,001) г крахмала растворяют в 10 см^3 холодной дистиллированной воды. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при непрерывном помешивании в 90 см^3 кипящей дистиллированной воды. Горячий готовый крахмал отфильтровывают в бутылку и закрывают ее пробкой.

Приготовленный крахмал может быть пастеризован при температуре (85 ± 2) °С.

Срок хранения пастеризованного раствора крахмала при температуре (6 ± 2) °С — не более 1 мес.

6.4 Проведение измерений

6.4.1 Приготовление фильтрата из неокрашенных продуктов

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают (5,000 ± 0,001) г продукта, подготовленного по 4.2 и содержащего не менее 10 % сахарозы или (10,000 ± 0,001) г продукта, подготовленного по 4.2 и содержащего не более 10 % сахарозы. В стакан с продуктом прибавляют 25 см^3 дистиллированной воды температурой (20 ± 2) °С, содержимое стакана тщательно растирают оплавленной стеклянной палочкой и количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Количество дистиллированной воды, используемой для ополаскивания стакана, не должно превышать половины объема колбы. Колбу закрывают пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают.

В колбу вносят 10 см^3 раствора сернокислой меди (6.3.1), тщательно перемешивают и дают отстояться 1 мин. Затем добавляют 4 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3 (6.3.2.1), содержимое колбы перемешивают круговыми движениями, не взбалтывая, и оставляют в покое на 5 мин.

После появления над осадком прозрачного слоя жидкости, указывающего на полноту осаждения, в колбу доливают дистиллированную воду до метки и содержимое колбы тщательно перемешивают, сильно взбалтывая. Колбу оставляют в покое на 20—30 мин для отстаивания. Прозрачный слой жидкости, находящийся над осадком, фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу вместимостью 250 см^3. Первые 25—30 см^3 фильтрата отбрасывают.

Фильтраты должны быть совершенно прозрачны.

6.4.2 Приготовление фильтрата из продуктов окрашенных (шоколадных паст)

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают (10,00 ± 0,001) г продукта, подготовленного по 4.2, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры (45 ± 5) °С. После того как продукт расплавится, содержимое стакана тщательно перемешивают и переносят в сухую делительную воронку.

После отстаивания жира большую часть водного слоя сливают из воронки в сухую колбу вместимостью 250 см^3, из которой пипеткой отбирают 40 см^3 водной вытяжки (соответствует 8 г анализируемого продукта) и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют дистиллированную воду приблизительно до половины объема колбы, 5 см^3 раствора сернокислой меди и 2 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3. Содержимое колбы перемешивают и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Раствор тщательно перемешивают и оставляют на 20—30 мин для отстаивания. Прозрачный слой жидкости, находящийся над осадком, фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу вместимостью 250 см^3. Первые 25—30 см^3 фильтрата отбрасывают.

Фильтраты должны быть совершенно прозрачны.

6.4.3 Определение редуцирующей способности фильтрата до инверсии

25 см^3 фильтрата, приготовленного по 6.4.1 или 6.4.2, вносят пипеткой в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3. Затем пипеткой приливают 25 см^3 раствора йода (6.3.3). Смесь перемешивают и затем медленно приливают из бюретки при непрерывном перемешивании 37,5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (6.3.2.2). Колбу закрывают притертой пробкой и оставляют в темном месте на 20 мин при температуре (20 ± 2) °С.

Через 20 мин в колбу приливают 8 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 (6.3.4), перемешивают и титруют неизрасходованный выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия (6.3.6). После перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый в кол-

бу прибавляют 1 см^3 раствора крахмала (см. 6.3.9) и титрование продолжают до исчезновения синей окраски.

После титрования записывают количество серноватистокислого натрия, израсходованного на титрование выделившегося йода.

6.4.4 Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии

Другие 25 см^3 фильтрата, приготовленного по 6.4.1 или 6.4.2, вносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3 с притертой пробкой. Колбу закрывают пробкой с вставленным в нее термометром так, чтобы ртутный резервуар находился в жидкости, и нагревают в водяной бане до температуры (65—70) °С.

Приоткрыв пробку, приливают в колбу 2,5 см^3 раствора соляной кислоты (см. 6.3.5) для инверсии, содержимое перемешивают круговыми движениями и выдерживают в течение 10 мин в водяной бане при температуре 65 °С—70 °С, часто помешивая круговыми движениями первые 3 мин. Не вынимая термометра, колбу быстро охлаждают до температуры (20 ± 2) °С под струей холодной воды.

Затем в колбу добавляют одну каплю раствора метилового оранжевого (6.3.7), при непрерывном помешивании круговыми движениями медленно приливают по каплям раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 1,0 моль/дм^3 (6.3.2.1) до наступления слабокислой реакции (переход окраски раствора от розовой к желтовато-оранжевой). В начале нейтрализации термометр вынимают из колбы после промывания его первыми каплями раствора гидроокиси натрия.

К нейтрализованному раствору приливают 25 см^3 раствора йода (6.3.3), затем медленно, при непрерывном помешивании, 37,5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (6.3.2.2). Колбу закрывают притертой пробкой и оставляют в темном месте на 20 мин при температуре (20 ± 2) °С.

Через 20 мин в колбу приливают 8 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 (6.3.4) и титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия (6.3.6). После перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый в колбу прибавляют 1 см^3 раствора крахмала (6.3.9) и титрование продолжают до исчезновения синей окраски.

После окончания титрования записывают объем серноватистокислого натрия, израсходованного на титрование выделившегося йода. Конец титрования устанавливают по резкому переходу синей окраски в бледно-розовую, обусловленную наличием метилового оранжевого.

6.5 Обработка результатов измерений

6.5.1 Массовую долю сахарозы в продукте X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot C_1 \cdot 100 \cdot 0{,}99}{m_1}, \qquad (2)$$

где V_2 — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование до инверсии, см^3;

V_3 — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование после инверсии, см^3;

C_1 — массовая концентрация серноватистокислого натрия в пересчете на сахарозу, г/см^3;

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

m_1 — масса пробы продукта, соответствующая 25 см^3 фильтрата, взятого для титрования, г, равная:

- 0,5 г при первоначальной массе пробы 5 г и разведении до 250 см^3 (6.4.1);
- 1,0 г при первоначальной массе пробы 10 г и разведении до 250 см^3 (6.4.1);
- 0,8 г при первоначальной массе пробы 10 г и разведении до 50 см^3, из которых взято 40 см^3 и разведено водой до 250 см^3 (6.4.2).

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

6.5.2 Проведение контрольного анализа (для проверки качества приготовленных растворов)

Контрольные образцы готовят из молочных продуктов с добавлением сахарозы (например, творог и сахароза).

В два стаканчика вместимостью 50 см^3 помещают по (1,300 ± 0,001) г сахарозы и (3,700 ± 0,001) г творога, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают, растирая оплавленной стеклянной палочкой.

Содержимое стаканчика количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, заполняя ее примерно на $^1/_2$ объема. Далее анализ проводят как описано в 6.4.1, 6.4.3 и 6.4.4. Пробы продукта

соответствуют творожному продукту массовой долей сахарозы 26 %. Если в контрольном образце полученное значение массовой доли сахарозы составляет (26,0 ± 0,3) %, то такие растворы используют в определении. Если значение массовой доли сахарозы отличается от значения (26,0 ± 0,3) %, то растворы заменяют.

6.5.3 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания сахарозы при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли сахарозы, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости r, %	Границы, абсолютной погрешности ± Δ, %
1,0—50,0	0,3	0,7	0,5

7 Метод Бертрана

7.1 Сущность метода

Метод основан на способности редуцирующих сахаров — лактозы, глюкозы, фруктозы восстанавливать в щелочной среде двухвалентную медь до оксида меди (I) (Cu_2O) (красный осадок). Осадок оксида меди (I) окисляют железоаммонийными квасцами до сульфата меди ($CuSO_4$). При этом трехвалентное железо восстанавливается до двухвалентного железа, количество которого определяют титрованием раствором калия марганцовокислого. По количеству калия марганцовокислого, пошедшего на титрование, рассчитывают количество меди, восстановленной редуцирующими сахарами. На основании полученного результата по эмпирически составленным таблицам определяют содержание сахарозы и общего сахара (в пересчете на инвертный).

Метод применяется для продуктов, содержащих фруктово-ягодные наполнители, фрукты в сиропе, инвертный сахар и другие сахара и сахарозаменители.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,2 мг и ± 0,02 г.

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

Баня водяная термостатируемая.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Бюретки 1-1-2-50-0,1; 1-2-2-50-0,1; 1-3-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы 1-250-2 ХС, 2-250-2 ХС, 1-1000-2 ТС, 2-1000-2 ТС по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-100-2, 1-500-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-5, 2-2-5, 1-2-10, 2-2-10, 1-2-25, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Воронка типа ВФ исполнения 1, диаметром фильтра 40 и 60 мм, типа ФКП, класса ПОР 40, из термически и химически стойкого стекла группы ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-250, Кн-2-250, Кн-1-500, 2-500 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы с тубусом исполнения 1, вместимостью 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-100, В-1-150, В-2-100, В-2-150 ТС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Сетка асбестовая.

Холодильник бытовой, обеспечивающий поддержание температуры в холодильной камере (6 ± 2) °С.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч. или ч. д. а.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч. д. а.

Квасцы железоаммонийные, х. ч. или ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а.

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

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор массовой концентрации 1,0 $г/дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., раствор молярной концентрации 1 моль/дм^3.

Натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839, х. ч. или ч. д. а., или аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, х. ч. или ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

7.3 Подготовка к проведению измерений

7.3.1 Приготовление раствора сернокислой меди (раствор Фелинга № 1) — по 6.3.1.

7.3.2 Приготовление раствора Фелинга № 2

(365,000 ± 0,001) г виннокислого калия-натрия растворяют при слабом нагревании в 600 см^3 дистиллированной воды и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают приготовленный отдельно раствор гидроокиси натрия, который готовят следующим образом: (103,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

7.3.3 Приготовление раствора железоаммонийных квасцов

Готовят насыщенный раствор железоаммонийных квасцов. Для этого в колбу вместимостью 500 см^3 наливают 250 см^3 дистиллированной воды температурой (75 ± 5) °С и растворяют в ней, растирая, (86,00 ± 0,01) г железоаммонийных квасцов. Раствор охлаждают, выдерживают сутки при температуре (6 ± 2) °С и фильтруют.

В стакан вместимостью 500 см^3 вносят 250 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и приливают 25 см^3 серной кислоты. Раствор перемешивают, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют дистиллированной водой до $^3/_4$ объема колбы, и, после охлаждения до температуры (20 ± 2) °С, доводят дистиллированной водой до метки. В момент определения раствор должен иметь температуру (20 ± 2) °С.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

7.3.4 Приготовление раствора марганцовокислого калия

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (4,980 ± 0,001) г марганцовокислого калия и растворяют в 900 см^3 дистиллированной воды. Раствор нагревают до температуры (95 ± 2) °С, выдерживают в течение 5 мин, накрыв колбу, затем охлаждают до температуры (20 ± 5) °С. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и фильтруют через воронку ВФ со стеклянным фильтром, предварительно промытую тем же раствором.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

7.3.4.1 Определение массовой концентрации раствора марганцовокислого калия

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 помещают 0,250 г с записью результата до четвертого десятичного знака щавелевокислого натрия (аммония) и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. Затем добавляют 2 см^3 серной кислоты. Раствор нагревают до температуры (80 ± 2) °С и титруют из бюретки со стеклянным краном приготовленным раствором марганцовокислого калия до появления розового окрашивания.

Массовую концентрацию марганцовокислого калия C_2, мг/см^3, вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{m_2 \cdot K_1 \cdot 1000}{V_4}, \qquad (3)$$

где m_2 — масса щавелевокислого натрия (аммония), г;

K_1 — коэффициент пересчета щавелевокислых солей на медь:

0,9488 для щавелевокислого натрия,

0,8951 для щавелевокислого аммония;

V_4 — объем марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

7.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 1,0 моль/дм^3 — по 6.3.2.1.

7.3.6 Приготовление раствора метилового оранжевого массовой концентрации 1,0 г/дм^3 — по 6.3.7.

7.4 Проведение измерений

7.4.1 Приготовление фильтрата — по 6.4.1—6.4.2.

7.4.2 Определение редуцирующей способности фильтрата до инверсии

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой приливают 50 см^3 фильтрата (7.4.1), 25 см^3 раствора Фелинга № 1 (7.3.1) и 25 см^3 раствора Фелинга № 2 (7.3.2). После перемешивания колбу с содержимым помещают на асбестовую сетку с вырезанным в ней круглым отверстием диаметром 40—50 мм и нагревают. Раствор кипятят ровно 6 мин, считая с момента его закипания. При этом выпадает красный осадок закиси меди.

Горячий раствор фильтруют через воронку типа ВФ со стеклянным фильтром в колбу с тубусом при слабом разряжении, избегая попадания осадка на фильтр. Для предохранения оксида меди (I) от окисления осадок на дне колбы постоянно должен быть покрыт раствором, для чего колбу с осадком поддерживают во время фильтрования в наклонном положении. По окончании фильтрования осадок промывают несколько раз дистиллированной водой, отфильтровывая каждую порцию воды после кратковременного отстаивания через тот же фильтр.

В колбу с промытым осадком приливают небольшими порциями при постоянном помешивании 30 см^3 раствора железоаммонийных квасцов (7.3.3), до полного растворения осадка. Содержимое конической колбы количественно переносят на тот же фильтр и фильтруют в другую чистую колбу с тубусом.

Остаток на фильтре промывают 15 см^3 раствора железоаммонийных квасцов (7.3.3). Коническую колбу из-под осадка оксида меди (I) и фильтр дополнительно промывают три-четыре раза небольшими порциями дистиллированной воды, нагретой до температуры (80 ± 5) °С.

По окончании промывания фильтрат с промывными водами титруют раствором марганцовокислого калия (7.3.4) до слабо-розового окрашивания, отмечая количество раствора, пошедшее на титрование.

7.4.3 Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой приливают 20 см^3 фильтрата (7.4.1). Колбу закрывают пробкой с вставленным в нее термометром так, чтобы ртутный резервуар находился в жидкости, и нагревают в водяной бане до температуры (65 ± 5) °С.

Приоткрыв пробку, приливают в колбу 2,5 см^3 раствора соляной кислоты для проведения инверсии (6.3.5), содержимое колбы перемешивают круговыми движениями и выдерживают в водяной бане при температуре (68 ± 2) °С в течение (10 ± 1) мин. Затем вынимают из водяной бани, и, не вынимая термометра, быстро охлаждают до температуры (20 ± 2) °С под струей холодной воды.

После прибавления одной капли раствора метилового оранжевого (6.3.7) в колбу при непрерывном помешивании (круговыми движениями, медленно) приливают по каплям раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3 (6.3.2.1) до наступления слабокислой реакции — перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый. В начале нейтрализации термометр вынимают из колбы после промывания его первыми каплями раствора гидроокиси натрия.

После окончания нейтрализации в колбу с инвертированным раствором приливают пипеткой последовательно по 25 см^3 растворов Фелинга № 1 (7.3.1) и Фелинга № 2 (7.3.2) и далее проводят определение редуцирующей способности фильтрата.

После перемешивания колбу с раствором помещают на асбестовую сетку с вырезанным в ней круглым отверстием с размером диаметра 40—50 мм и нагревают. Раствор кипятят точно 6 мин, считая с момента его закипания. При этом выпадает осадок оксида меди (I) красного цвета.

Горячий раствор фильтруют через воронку типа ВФ со стеклянным фильтром в колбу с тубусом при слабом разряжении, избегая попадания осадка на фильтр. Для предохранения закиси меди от окисления осадок на дне колбы все время должен быть покрыт раствором, для чего колбу с осадком поддерживают во время фильтрования в наклонном положении. По окончании фильтрования осадок промывают несколько раз дистиллированной водой, отфильтровывая каждую порцию воды после кратковременного отстаивания через тот же фильтр.

В колбу с промытым осадком приливают небольшими порциями при постоянном помешивании 30 см^3 раствора железоаммонийных квасцов (7.3.3), до полного растворения осадка. Содержимое конической колбы количественно переносят на тот же фильтр и фильтруют в другую чистую колбу с тубусом.

Остаток на фильтре промывают 15 см^3 раствора железоаммонийных квасцов (7.3.3). Коническую колбу из-под осадка оксида меди (I) и фильтр дополнительно промывают три-четыре раза небольшими порциями дистиллированной воды, нагретой до температуры (80 ± 5) °С.

По окончании промывания фильтрат с промывными водами титруют раствором марганцовокислого калия (7.3.4) до слабо-розового окрашивания, отмечая количество раствора, пошедшее на титрование.

7.5 Обработка результатов измерений

7.5.1 Количество меди, восстановленное 20 см^3 фильтрата после инверсии, Cu_1, мг, вычисляют по формуле

$$Cu_1 = \left(V_6 - \frac{V_5}{2,5}\right) \cdot C_2, \quad (4)$$

где V_6 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование 20 см^3 фильтрата после инверсии, см^3;

$\frac{V_5}{2,5}$ — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование 20 см^3 фильтрата до инверсии, см^3;

C_2 — массовая концентрация раствора марганцовокислого калия, мг/см^3.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

7.5.2 По количеству меди, определенному по 7.5.1, в соответствии с приложением А находят массу сахарозы, мг, содержащуюся в 20 см^3 фильтрата, и переводят ее в граммы (m_3).

7.5.3 Массовую долю сахарозы в продукте X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_3 \cdot 100}{m_4}, \quad (5)$$

где m_3 — масса сахарозы, содержащаяся в 20 см^3 фильтрата, г;

m_4 — масса продукта, соответствующая 20 см^3 фильтрата, г, равная:

- 0,4 г при первоначальной массе продукта 5 г и разведении до 250 см^3 (6.4.1);
- 0,8 г при первоначальной массе пробы 10 г и разведении до 250 см^3 (6.4.1);
- 0,64 г при первоначальной массе пробы 10 г и разведении до 50 см^3, из которых взято 40 см^3 и разведено водой до 250 см^3 (6.4.2).

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

7.5.4 Количество меди, восстановленное 20 см^3 фильтрата до инверсии, Cu_2, для определения массовой доли общего сахара, в пересчете на инвертный, мг, вычисляют по формуле

$$Cu_2 = \frac{V_5}{2,5} C_2, \quad (6)$$

где $\frac{V_5}{2,5}$ — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование 20 см^3 фильтрата до инверсии, см^3;

C_2 — массовая концентрация раствора марганцовокислого калия, мг/см^3.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

По количеству меди в соответствии с приложением Б находят массу инвертного сахара, мг, и переводят ее в граммы (m_5).

Массовую долю общего сахара в пересчете на инвертный X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_3 \cdot 1,053 + m_5) \cdot 100}{m_4}, \quad (7)$$

где 1,053 — коэффициент для перевода сахарозы в инвертный сахар;

m_5 — масса инвертного сахара, содержащаяся в 20 см^3 фильтрата, г;

100 — коэффициент для перевода в проценты.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

7.5.5 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания массовой доли сахарозы и общего сахара в пересчете на инвертный при $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли сахарозы и общего сахара в пересчете на инвертный, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы, абсолютной погрешности $\pm \Delta$, %
2,0—50,0	0,5	1,5	1,1

8 Поляриметрический метод

8.1 Сущность метода

Метод основан на разрушении лактозы оксидом кальция и поляриметрическом определении содержания сахарозы.

Метод применяется для молочной продукции, кроме йогуртов и йогуртных продуктов.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Сахариметр универсальный, диапазоном измерения угла вращения плоскости поляризации при длине волны 589,3 нм от минус 40 до плюс 130 °S, пределом абсолютной допускаемой погрешности ± 0,05 °S, со стеклянными кюветами длиной 200 и 400 мм.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,2 мг и ± 0,002 г.

Анализатор потенциометрический, диапазоном измерения 1—14 ед. pH, погрешностью ± 0,02 ед. pH.

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

Баня водяная термостатируемая или термостат водяной, обеспечивающий нагрев до (85 ± 2) °С.

Колбы 1-100-2, 2-100-2, 1-200-2, 2-200-2, 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-5, 2-2-5, 1-2-50, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Воронки типа В, диаметром 36, 75, 100 мм, из химически стойкого стекла группы ХС по ГОСТ 25336.

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

Стаканы В-1-100, В-2-100 ТС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий железистосинеродистый (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, х. ч. или ч. д. а., раствор массовой концентрации 150 г/дм^3.

Кальция оксид по ГОСТ 8677, ч. д. а., свежепрокаленный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., растворы молярной концентрации 0,1 и 1,0 моль/дм^3.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, х. ч., раствор массовой концентрации 19,07 г/дм^3.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, ч. д. а., раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

8.3 Подготовка к проведению измерений

8.3.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (300,00 ± ,01) г уксуснокислого цинка, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

8.3.2 Приготовление раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (150,000 ± 0,001) г железистосинеродистого калия, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

8.3.3 Приготовление раствора тетраборнокислого натрия массовой концентрации 19,07 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (19,070 ± 0,001) г тетраборнокислого натрия, добавляют 500 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают до полного растворения соли. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

8.3.4 Приготовление растворов гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 0,1 моль/дм^3 и c (NaOH) = 1,0 моль/дм^3 — по 6.3.2.

8.3.5 Приготовление буферного раствора

Буферный раствор используют для разрушения лактозы.

В колбу вместимостью 200 см^3 помещают 40 см^3 раствора тетраборнокислого натрия (8.3.3), 60 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (6.3.2.2) и 16 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1,0 моль/дм^3 (6.3.2.1).

Активная кислотность буферного раствора должна быть 13,1—13,5 ед. pH.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

8.4 Проведение измерений

8.4.1 Приготовление фильтрата

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают (26,000 ± 0,001) г творожных продуктов или (30,000 ± 0,001) г мороженого. Пробу продукта растирают стеклянной палочкой с примерно равным количеством дистиллированной воды температурой (45 ± 2) °С и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 для творожных продуктов и 100 см^3 для мороженого, омывая стакан несколько раз дистиллированной водой, при этом объем дистиллированной воды должен составлять не более половины объема колбы.

Колбу с содержимым охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и прибавляют по 3 см^3 для творожных продуктов и по 5 см^3 для мороженого растворов уксуснокислого цинка (8.3.1) и железистосинеродистого калия (8.3.2).

После добавления каждого раствора содержимое колбы осторожно перемешивают, не допуская образования пузырьков. Содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и, спустя 10 мин, фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу вместимостью 250 см^3.

8.4.2 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой приливают 50 см^3 фильтрата, приготовленного по 8.4.1, добавляют (0,300 ± 0,001) г оксида кальция и выдерживают колбу в кипящей водяной бане 4—5 мин, постоянно перемешивая. После этого колбу с раствором быстро охлаждают до температуры (20 ± 2) °С под струей холодной воды и прибавляют 1—2 см^3 концентрированной уксусной кислоты. (Допускается неполное растворение оксида кальция). Колбу доливают до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр.

Для мороженого на молочной основе отбирают пипеткой 25 см^3 фильтрата (8.4.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Затем добавляют 25 см^3 буферного раствора (8.3.5), 3 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1,0 моль/дм^3 (6.3.2.1) и содержимое перемешивают. Колбу с раствором помещают в водяную баню или термостат и выдерживают 5 мин при температуре (85 ± 2) °С. Затем быстро охлаждают до температуры (20 ± 2) °С под струей холодной воды и добавляют 3 см^3 концентрированной уксусной кислоты, в колбу доливают до метки дистиллированную воду и содержимое тщательно перемешивают.

Для фруктового мороженого отбирают пипеткой 25 см^3 фильтрата и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Затем доливают в колбу до метки дистиллированную воду и содержимое тщательно перемешивают.

8.4.3 Фильтрат поляризуют без светофильтра в поляриметрической кювете длиной 400 или 200 мм.

Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по 3—5 отсчетов по шкале сахариметра. Среднеарифметическое значение результатов показаний шкалы сахариметра (Р) находят по 6—10 отсчетам.

8.5 Обработка результатов измерений

8.5.1 Массовую долю сахарозы X_4, %, при использовании кюветы длиной 400 мм, вычисляют по формуле

$$X_4 = P_1 \cdot 2 \cdot K_2, \quad (8)$$

где P_1 — среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, градус сахара;

K_2 — поправка на объем осадка для данного вида продукта.

При использовании кюветы длиной 200 мм полученное значение массовой доли сахарозы умножают на коэффициент 2.

8.5.2 Поправка на объем осадка (K_2) для конкретного вида продукта колеблется в незначительном интервале, поэтому при повседневном определении сахарозы поправку (K_2) можно принять за постоянную величину, равную:

- для творожных продуктов — 0,979;
- для мороженого — 0,983;
- для отдельных видов мороженого:
  1) молочного — 0,988;
  2) сливочного — 0,962;
  3) пломбира — 0,919;
- для молочного с фруктовыми наполнителями — 0,984:
  1) фруктового — 0,985.

8.5.3 Массовую долю сахарозы в мороженом X_5, %, при использовании в качестве разрушителя лактозы буферного раствора (8.3.5), при использовании кюветы длиной 400 мм, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{P_2 \cdot K_3}{7{,}5} K_2, \quad (9)$$

где P_2 — среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, градус сахара;

K_3 — коэффициент пересчета, г/100 см^3:

- 13 — для сахариметра с длиной кюветы 400 мм,
- 26 — для сахариметра с длиной кюветы 200 мм;

7,5 — эмпирический коэффициент пересчета,

$$\frac{^\circ\text{сах} \cdot \text{г}}{100\ \text{см}^3 \cdot \%};$$

K_2 — поправка на объем осадка (8.5.2).

При использовании кюветы длиной 200 мм полученное значение массовой доли сахарозы умножают на коэффициент 2.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

8.5.4 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания сахарозы при P = 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой доли сахарозы, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы, абсолютной погрешности $\pm \Delta$, %
2,0—50,0	0,4	0,9	0,7

9 Ускоренный феррицианидный метод определения массовой доли общего сахара

9.1 Сущность метода

Метод основан на способности редуцирующих сахаров окисляться и восстанавливать в щелочной среде железосинеродистый калий в железистосинеродистый калий. По объему испытуемого фильтрата, израсходованного на титрование определенного объема железосинеродистого калия, вычисляют массовую долю общего сахара в продукте.

Метод предназначен для контроля массовой доли общего сахара в кисломолочных продуктах с плодово-ягодными наполнителями.

9.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,2 мг и ± 0,002 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

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

Бюретки 1-1-25-0,02, 1-2-25-0,02, 2-1-25-0,02, 2-2-25-0,02, 3-1-25-0,02, 3-2-25-0,02 по ГОСТ 29251.

Колбы 1-100-2, 2-100-0, 1-250-0, 2-250-0 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-5, 2-2-5, 1-2-20, 2-2-20, 1-2-25, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1-1-100, 1-1-500, 1-1-1000 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-100, Кн-1-200, Кн-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

Воронка типа В, диаметром 36, 75, 100 мм, из химически стойкого стекла группы ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, х. ч. или ч. д. а., раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч. или ч. д. а., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. плотностью 1,17—1,19 г/см^3.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч. д. а., 1 %-ный раствор.

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

Метиленовый голубой хлоргидрат основной, раствор массовой концентрации 10,0 г/дм^3 или другие индикаторы аналогичного действия.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензосульфокислый натрий), раствор массовой концентрации 0,2 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., растворы массовой концентрации 10 и 200 г/дм^3 и раствор молярной концентрации 2,5 моль/дм^3.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, х. ч. или ч. д. а., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, х. ч. или ч. д. а., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

9.3 Подготовка к проведению измерений

9.3.1 Приготовление раствора сернокислой меди (раствор Фелинга № 1) — по 6.3.1.

9.3.2 Приготовление раствора сернокислого цинка массовой концентрации 100 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (10,000 ± 0,001) г сернокислого цинка, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

9.3.3 Приготовление раствора йодистого калия массовой концентрации 100 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (10,000 ± 0,001) г йодистого калия, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

9.3.4 Приготовление раствора железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (10,000 ± 0,001) г железосинеродистого калия, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

9.3.4.1 Определение поправки для раствора железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3

В коническую колбу вместимостью 200 см^3 вносят 50 см^3 приготовленного по 9.3.4 раствора железосинеродистого калия, прибавляют 20 см^3 раствора сернокислого цинка массовой концентрации 100 г/дм^3 (9.3.2) и 20 см^3 раствора йодистого калия массовой концентрации 100 г/дм^3 (9.3.3). Содержимое колбы перемешивают и немедленно титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (6.3.6) в присутствии крахмала (6.3.9) в качестве индикатора.

Поправку к раствору железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3 (K_3) вычисляют до четвертого десятичного знака по формуле

$$K_3 = \frac{V_7 \cdot 0{,}3291}{0{,}5}, \qquad (10)$$

где V_7 — объем раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование выделившегося йода, см^3;

0,3291 — массовая концентрация железосинеродистого калия, соответствующая 1 см^3 раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

0,5 — масса железосинеродистого калия, содержащаяся в 50 см^3 раствора массовой концентрации 10 г/дм^3, г.

9.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 10 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (10,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

9.3.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 200 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (200,000 ± 0,01) г гидроокиси натрия, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

9.3.7 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации *c* (NaOH) = = 2,5 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (100,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Коэффициент поправки определяют в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1.

Допускается приготовление раствора из фиксанала.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

9.3.8 Приготовление раствора метилового оранжевого массовой концентрации 0,2 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (0,020 ± 0,001) г метилового оранжевого, добавляют небольшое количество дистиллированной воды температурой (75 ± 5) °С и тщательно перемешивают. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и доводят его объем дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

9.3.9 Приготовление раствора метиленового голубого массовой концентрации 10,0 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (1,000 ± 0,001) г метиленового голубого, добавляют небольшое количество дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С в склянке из темного стекла в темном месте — не более 3 мес.

9.3.10 Приготовление раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 — по 6.3.6.

9.3.11 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала — по 6.3.9.

9.4 Проведение измерений

9.4.1 Приготовление фильтрата из кисломолочных продуктов с плодово-ягодными наполнителями — по 6.4, масса анализируемого продукта (10,000 ± 0,001) г.

9.4.2 Проведение инверсии

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50 см^3 фильтрата (9.4.1) и добавляют 5 см^3 соляной кислоты. Раствор нагревают в водяной бане до температуры 68 °С—70 °С и выдерживают при этой же температуре в течение (8 ± 1) мин. Контроль температуры осуществляют термометром, опущенным в анализируемый раствор.

После инверсии охлажденный раствор осторожно нейтрализуют по метиловому оранжевому (9.3.8) до желто-оранжевого окрашивания, приливая по капле раствор гидроокиси натрия массовой концентрации 200 г/дм^3 (9.3.6), а к концу нейтрализации — раствор гидроокиси натрия массовой концентрации 10 г/дм^3 (9.3.5).

Нейтрализованный раствор сахаров количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

9.4.3 Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии

9.4.3.1 Предварительное определение общего сахара

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 20 см^3 раствора железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3 (9.3.4) и 5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 2,5 моль/дм^3 (9.3.7), прибавляют одну каплю раствора метиленового голубого (9.3.9) и нагревают до кипения. Кипящую смесь осторожно титруют полученным раствором сахаров (9.4.2), медленно прибавляя его по капле. При этом железосинеродистый калий переводится в железистосинеродистый калий. Первая избыточная капля раствора сахара приводит к исчезновению синей окраски. Раствор приобретает слабо-желтую окраску железистосинеродистого калия. Титрование в этот момент прекращают. Появление фиолетовой окраски после остывания раствора во внимание не принимают. Результат получается наиболее точным, если на титрование расходуется 5—6 см^3 раствора сахара.

9.4.3.2 Определение общего сахара

К смеси железосинеродистого калия и гидроокиси натрия (9.4.3) приливают из бюретки на 0,2—0,3 см^3 меньше полученного раствора сахара (9.4.2), чем было израсходовано при предварительном определении (9.4.3.1). Смесь нагревают до кипения и кипятят 55—60 с, затем прибавляют одну каплю раствора метиленового голубого (9.3.9) и дотитровывают раствором сахара (9.4.2) из бюретки до исчезновения синей окраски.

9.5 Обработка результатов измерений

9.5.1 Массовую долю общего сахара X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(20{,}12 + 0{,}035 \cdot V_8) \cdot K_3 \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{m_6 \cdot V_8 \cdot 50 \cdot 1000}, \qquad (11)$$

где V_8 — объем раствора сахара, израсходованный при повторном (9.4.3.2) титровании, см^3;

$(20{,}12 + 0{,}035 \cdot V_8)$ — масса инвертного сахара в пробе продукта, мг;

m_6 — масса пробы продукта, г;

K_3 — поправка для раствора железистосинеродистого калия массовой концентрацией 10 г/дм^3;

250 — объем, до которого разведена проба, см^3;

50 — объем фильтрата для инверсии, см^3;

100 — объем фильтрата после инверсии, см^3;

100 — коэффициент пересчета на 100 г продукта;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов инвертного сахара в граммы.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

9.5.2 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания общего сахара при P = 0,95 приведены в таблице 4.

Таблица 4

Диапазон измерений массовой доли общего сахара, %	Предел повторяемости, *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Границы, абсолютной погрешности ± Δ, %
2,0—50,0	0,5	1,2	0,9

10 Определение массовой доли лактозы поляриметрическим методом

10.1 Сущность метода

Метод основан на поляриметрическом определении содержания лактозы после осаждения белков и жиров уксуснокислым цинком и железистосинеродистым калием.

Метод применяется для молочного сырья и молочных продуктов, не содержащих сахарозу.

10.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Сахариметр универсальный диапазоном измерения угла вращения плоскости поляризации при длине волны 589,3 нм от минус 40 до плюс 130 °S, пределом абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,05, со стеклянными кюветами длиной 200 и 400 мм.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,2 мг.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Колбы 1-100-2, 2-100-2, 1-200-2, 2-200-2, 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-5, 2-2-5, 1-2-25, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Воронки типа В, диаметром 36, 75, 100 мм, из химически стойкого стекла группы ХС по ГОСТ 25336.

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

Стаканы В-1-100, В-2-100 ТС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Калий железистосинеродистый 3-водный (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, х. ч. или ч. д. а., раствор массовой концентрации 150 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор молярной концентрации *c* (HCl) = 4,0 моль/дм^3.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Цинк уксуснокислый 9-водный по ГОСТ 5823, ч. д. а., раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

10.3 Подготовка к проведению измерений

10.3.1 Приготовление раствора уксуснокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм^3 — по 8.3.1

10.3.2 Приготовление раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм^3 — по 8.3.2

10.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации *c* (HCl) = 4 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 300—400 см^3 дистиллированной воды и осторожно при перемешивании 340 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,188 г/см^3. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес

10.3.4 Приготовление раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации *c* ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 — по 6.3.6.

10.3.5 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала — по 6.3.9.

10.4 Проведение измерений

10.4.1 Приготовление фильтрата

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают (33,000 ± 0,001) г продукта, подготовленного по 4.2, и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 для творога и творожных продуктов и 100 см^3 для других молочных продуктов, омывая стакан несколько раз дистиллированной водой, при этом объем дистиллированной воды должен составлять не более половины объема колбы.

Для осаждения белков и жиров в колбу прибавляют по 3 см^3 для сыворотки и сывороточных напитков и по 5 см^3 для остальных продуктов растворов уксуснокислого цинка (8.3.1) и железистосинеродистого калия (8.3.2).

После добавления каждого раствора содержимое колбы осторожно перемешивают, не допуская образования пузырьков. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин при температуре (20 ± 2) °С.

Через 10 мин содержимое колбы фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу.

Фильтраты должны быть прозрачные.

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

Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по 3—5 отсчетов по шкале сахариметра. Среднеарифметическое значение результатов показаний шкалы сахариметра (Р) находят из 6—10 отсчетов.

10.5 Обработка результатов измерений

10.5.1 Массовую долю лактозы в твороге и творожных продуктах $X_{лак1}$, %, при использовании кюветы длиной 400 мм, вычисляют по формуле

$$X_{лак1} = P_3 \cdot K_4, \quad (12)$$

где P_3 — среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, градус сахара;

K_4 — поправка на объем осадка.

При использовании кюветы длиной 200 мм полученное значение массовой доли лактозы умножают на коэффициент 2.

10.5.2 Массовую долю лактозы в других молочных продуктах $X_{лак2}$, %, при использовании кюветы длиной 400 мм вычисляют по формуле

$$X_{лак2} = \frac{P_4}{2} \cdot K_5, \quad (13)$$

где P_4 — среднеарифметическое значение показаний шкалы сахариметра, градус сахара;

K_5 — поправка на объем осадка.

При использовании кюветы длиной 200 мм полученное значение массовой доли лактозы умножают на коэффициент 2.

10.5.3 Определение поправки на объем осадка

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой приливают 25 см^3 фильтрата (10.4.1). Добавляют (0,600 ± 0,001) г йодистого калия и 5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 4 моль/дм^3 (10.3.3). Содержимое колбы перемешивают и титруют раствором серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (6.3.6). После перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый в колбу прибавляют 1 см^3 1 %-ного раствора крахмала (6.3.9) и титруют до исчезновения синей окраски. Поправку на объем образовавшегося осадка ($K_{4,5}$) в мерной колбе при осветлении раствора вычисляют до четвертого десятичного знака и округляют до первого десятичного знака по формуле

$$K_{4,5} = \frac{12,5}{V_9}, \quad (14)$$

где 12,5 — эмпирический коэффициент пересчета;

V_9 — количество раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, пошедшее на титрование, см^3.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

10.5.4 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания лактозы при P = 0,95 приведены в таблице 5.

Таблица 5

Диапазон измерений массовой доли лактозы, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы, абсолютной погрешности ± Δ, %
0,5—2,0	0,2	0,4	0,3
Св. 2,0—50,0	0,4	0,9	0,7

11 Проверка приемлемости результатов определений

11.1 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли сахара в анализируемых продуктах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты определений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли сахара в анализируемых продуктах, полученные в условиях повторяемости;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблицах 1—5.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторное определение и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.2 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли сахара в анализируемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m = 2), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

Результаты определений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R,$$

где X'_1, X'_2 — значения двух параллельных определений массовой доли сахара в анализируемых продуктах, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблицах 1—5.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

12 Оформление результатов

Результат определения массовой доли сахара в продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{ср} \pm \Delta,\ \%,\ \text{при } P = 0{,}95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, % (таблицы 1—5).

13 Требования безопасности

13.1 При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования безопасности:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;

- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами — в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007;

- требования техники безопасности при работе с электроустановками — в соответствии с требованиями ГОСТ Р 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009.

13.2 Требования к оператору

Выполнение определений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод в соответствии с нормативами контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

Приложение А
(обязательное)

Расчет сахарозы по количеству восстановленной меди

А.1 Расчет сахарозы по количеству восстановленной меди приведен в таблице А.1.

Таблица А.1 — В миллиграммах

Медь	Сахароза	Медь	Сахароза	Медь	Сахароза	Медь	Сахароза	Медь	Сахароза	Медь	Сахароза
80,8	39,9	123,4	61,4	166,1	83,2	208,7	105,5	251,3	128,6	293,9	152,1
81,7	40,4	124,3	61,8	166,9	83,7	209,6	106,0	252,2	129,1	294,8	152,7
82,6	40,9	125,2	62,3	167,8	84,1	210,5	107,0	253,1	129,6	295,7	153,1
83,5	41,3	126,1	62,7	168,7	84,5	211,3	106,5	254,0	130,0	296,6	153,7
84,4	41,7	127,0	63,2	169,7	85,0	212,2	107,4	254,9	130,5	297,5	154,2
85,2	42,2	127,9	63,6	170,5	85,5	213,1	107,9	255,7	131,0	298,4	154,7
86,1	42,6	128,8	64,1	171,4	85,9	214,0	108,5	256,6	131,5	299.3	155,2
87,0	43,0	129,6	64,5	172,3	86,3	214,9	109,0	257,5	131,9	300,1	155,7
87,9	43,5	130,5	65,0	173,2	86,8	215,8	109,4	258,4	132,4	301,0	156,2
88,8	44,0	131,4	65,5	174,0	87,3	216,7	109,9	259,3	133,0	301,9	156,8
89,7	44,4	132,3	65,8	174,9	87,7	217,6	110,4	260,2	133,5	302,8	157,2
90,6	44,8	133,2	66,3	175,8	88,3	218,4	110,9	261,1	134,0	303,7	157,7
91,5	45,2	134,1	66,8	176,7	88,6	219,3	111,3	262,0	134,4	304,6	158,2
92,3	45,5	135,0	67,3	177,6	89,1	220,2	111,8	262,8	134,9	305,5	158,6
93,2	46,1	135,9	67,6	178,5	89,5	221,1	112,3	263,7	135,4	306,4	159,1
94,1	46,5	136,8	68,1	179,4	90,0	222,0	112,8	264,6	135,8	307,2	159,6
95,0	47,0	137,6	68,6	180,3	90,4	222,9	113,2	265,5	136,3	308,1	160,2
95,9	47,4	138,5	69,1	181,2	90,7	223,8	113,7	266,4	136,8	309,0	160,6
96,8	47,9	139,4	69,5	182,0	91,4	224,7	114,2	267,3	137,3	309,9	161,1
97,7	48,3	140,3	69,9	182,9	91,8	225,6	114,7	268,2	137,7	310,8	161,6
98,6	48,8	141,2	70,4	183,8	92,2	226,4	115,1	269,1	138,2	311,7	162,1
99,4	49,2	142,1	70,9	184,7	92,7	227,3	115,6	270,0	138,8	312,6	162,6
100,3	49,7	143,0	71,3	185,6	93,2	228,2	116,1	270,8	139,3	313,5	163,1
101,2	50,2	143,9	71,7	186,5	93,7	229,1	116,6	271,7	139,7	314,4	163,7
102,1	50,5	144,7	72,2	187,4	94,1	230,0	117,0	272,6	140,2	315,2	164,2
103,0	51,0	145,6	72,7	188,3	94,6	230,9	117,5	273,5	140,7	316,1	164,6
103,9	51,5	146,5	73,0	189,1	95,1	231,8	118,0	274,4	141,2	317,0	165,2
104,8	52,0	147,4	73,5	190,0	95,6	232,7	118,5	275,3	141,6	317,9	165,7
105,7	52,4	148,3	74,0	190,9	96,0	233,5	118,9	276,2	142,1	318,8	166,2
106,6	52,9	149,2	74,5	191,8	96,5	234,4	119,4	277,1	142,6	319,7	166,6
107,4	53,3	150,1	74,9	192,7	97,0	235.3	119,9	277,9	143,1	320,6	167,2
108,3	53,7	151,0	75,4	193,6	97,5	236,2	120,4	278,8	143,6	321,6	167,7
109,2	54,1	151,8	75,9	194,5	97,9	237,1	120,8	279,7	144,1	322,3	168,1
110,1	54,6	152,7	76,4	195,4	98,4	238,0	121,4	280,6	144,7	323,2	168,6
111,0	55,1	153,6	76,9	196,2	98,9	238,9	121,9	281,5	145,2	324,1	169,1
111,9	55,6	154,5	77,3	197,1	99,4	239,8	122,4	282,4	145,6	325,0	169,7
112,8	56,0	155,4	77,8	198,0	99,8	240,6	122,8	283,3	146,2	325,9	170,1
113,7	56,4	156,3	78,3	198,9	100,3	241,5	123,3	284,2	146,7	326,8	170,6
114,5	56,9	157,2	78,7	199,8	100,8	242,4	123,8	285,0	147,1	327,7	171,2
115,4	57,3	158,1	79,1	200,7	101,3	243,3	124,3	285,9	147,6	328,6	171,7
116,3	57,8	159,0	79,7	201,6	101,7	244,2	124,7	286,8	148,1	329,4	172,1
117,7	58,2	159,8	80,1	202,5	102,2	245,1	125,2	287,7	148,7	330,4	172,7
118,1	58,7	160,7	80,5	203,4	102,7	246,0	125,7	288,6	149,1	331,2	173,2
119,0	59,2	161,6	80,9	204,2	103,2	246,9	126,2	289,5	149,6	332,1	173,7
49,9	59,6	162,5	81,4	205,1	103,6	247,8	126,6	290,4	150,1	333,0	174,3
120,8	60,0	163,4	81,9	206,0	104,1	248,6	127,1	291,3	150,7	333,9	174,8
121,6	60,5	164,3	82,3	206,9	104,6	249,5	127,7	292,2	151,1	334,8	175,3
122,5	60,9	165,2	82,7	207,8	105,1	250,4	128,1	293,0	151,6	335,7	175,8

Приложение Б
(обязательное)

Расчет инвертного сахара по количеству восстановленной меди до инверсии

Б.1 Расчет инвертного сахара по количеству восстановленной меди до инверсии приведен в таблице Б.1.

Таблица Б.1 В миллиграммах

Медь	Инвертный сахар	Медь	Инвертный сахар
43,5	22,5	54,2	28,1
44,4	23,0	55,1	28,6
45,3	23,5	55,9	29,0
46,2	23,9	56,8	29,5
47,1	24,4	57,7	30,0
48,0	24,9	58,6	30,4
48,8	25,3	59,5	30,9
49,7	25,8	60,4	31,4
50,6	26,2	61,3	31,8
51,5	26,7	62,2	32,3
52,4	27,2	63,0	32,7
53,3	27,6	63,9	33,1

Библиография

[1] Федеральный закон № 88-ФЗ от 12 июня 2008 г. « Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (с изменением)

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: молоко, продукты переработки молока, термины и определения, йодометрия, поляриметрия, метод Бертрана, ускоренный феррицианидный метод, общий сахар, сахароза, лактоза, глюкоза, фруктоза, инвертный сахар, проверка приемлемости результатов определений, оформление результатов, требования безопасности

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.07.2012. Подписано в печать 13.08.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,75. Тираж 241 экз. Зак. 696.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru