ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54759— 2011

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА

Методы определения массовой доли крахмала

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 года № 948-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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 Поляриметрический метод 3
7 Йодометрический метод 5
8 Проверка приемлемости результатов определений 9
9 Оформление результатов 10
10 Требования безопасности 10
Приложение А (обязательное) Пример определения массы крахмала (m) 11
Библиография 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА

Методы определения массовой доли крахмала

Milk products. Methods for determination of starch mass fraction

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки молока в части составных и молокосодержащих продуктов (далее — продукты) и устанавливает поляриметрический и йодометрический методы определения массовой доли крахмала.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.

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 Р 54667—2011 Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли сахаров

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 83—79 Реактивы. Натрий углекислый безводный. Технические условия

ГОСТ 450—77 Реактивы. Кальций хлористый технический. 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 3628—78 Молочные продукты. Методы определения сахара

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. 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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5845—79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10931—74 Реактивы. Натрий молибденовокислый 2-водный. 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 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

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

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного 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 29248—91 Консервы молочные. Йодометрический метод определения сахаров

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30305.2—95 Консервы молочные сгущенные и продукты молочные сухие. Методика выполнения измерений массовой доли сахарозы (поляриметрический метод)

ГОСТ 30648.7—99 Продукты молочные для детского питания. Методы определения сахарозы

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

3.2 **йодометрический метод:** Титриметрический метод, основанный на реакции между свободным йодом и серноватисто-натриевой солью.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 13928, ГОСТ 26809.

4.2 Подготовка проб

4.2.1 Творог и творожные продукты помещают в фарфоровую ступку, тщательно растирают.

Пробы сухих продуктов помещают в фарфоровую ступку и тщательно перемешивают.

Продукты, содержащие фруктовые (овощные и др.) наполнители, но не содержащие сахарозу, нагревают на водяной бане до температуры (32 ± 2) °С, после чего полностью переносят из упаковки в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 1—3 мин при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 мин$^{-1}$ до получения однородной массы.

Подготовленную пробу переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3 и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

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

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

5 Условия проведения измерений

При проведении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

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

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

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

6 Поляриметрический метод

Метод распространяется на продукты, не содержащие сахарозу.

6.1 Сущность метода

Метод основан на гидролизе крахмала после осаждения белков и липидов и измерении угла вращения плоскости поляризации полученным раствором.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Поляриметр (сахариметр), с диапазоном угла вращения плоскости поляризации от минус 40° до 130°, пределом абсолютной допускаемой погрешности не более ± 0,05°, с кюветами длиной 200 мм.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,002 г.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры в интервале 20 °С—100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Гомогенизатор роторный с четырехлопастным ножом, угловой скоростью вращения ножей 1000—10000 мин$^{-1}$, включающего емкость вместимостью 1,0 дм^3.

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

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

Цилиндры 1-25-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-150, Кн-2-150 ТС по ГОСТ 25336.

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

Воронки типа В, диаметром 75 мм, ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х. ч., раствор массовой концентрации 150 г/дм^3.

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

Кислота фосфорно-вольфрамовая, х. ч., раствор массовой концентрации 40 г/дм^3.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931, х. ч., раствор массовой концентрации 150 г/дм^3.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, х. ч., раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Эфир этиловый по ГОСТ 22300.

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 1,124 %-ного раствора соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 25,4 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

6.3.2 Приготовление раствора сернокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (30,00 ± 0,01) г сернокислого цинка, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

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

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (15,00 ± 0,01) г железистосинеродистого калия, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

6.3.4 Приготовление раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 100 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (10,00 ± 0,01) г молибденовокислого аммония, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

6.3.5 Приготовление раствора молибденовокислого натрия массовой концентрации 150 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (15,00 ± 0,01) г молибденовокислого натрия, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

6.3.6 Приготовление раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты массовой концентрации 40 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (4,00 ± 0,01) г фосфорно-вольфрамовой кислоты, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

6.4 Проведение измерений

6.4.1 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (5,00 ± 0,01) г продукта, подготовленного по 4.2.1. Добавляют 25 см^3 раствора соляной кислоты (6.3.1) и перемешивают содержимое легким встряхиванием. Затем в колбу добавляют еще 25 см^3 раствора соляной кислоты по 6.3.1 и перемешивают.

Мерную колбу помещают в течение (15 ± 1) мин на кипящую водяную баню так, чтобы вода покрывала широкую часть колбы. Первые 3 мин содержимое колбы перемешивают, аккуратно встряхивая. Необходимо следить, чтобы кипение воды в водяной бане не прекращалось из-за погружения колбы.

По истечении 15 мин колбу извлекают из водяной бани, а к ее содержимому приливают 20 см^3 холодной дистиллированной воды. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 1) °С под струей проточной воды.

6.4.2 Белковые вещества в растворе осаждают, добавляя 1 см^3 раствора сернокислого цинка по 6.3.2. Содержимое тщательно перемешивают и добавляют, энергично встряхивая, 1 см^3 раствора железистосинеродистого калия по 6.3.3.

Примечание — При плохом разделении белков допускается проводить осаждение белка, добавляя 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 100,0 г/дм^3 по 6.3.4 или 3 см^3 раствора молибденовокислого натрия массовой концентрации 150,0 г/дм^3 по 6.3.5, а также 5 см^3 раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты массовой концентрации 40,0 г/дм^3.

Пену, образующуюся в растворе после добавления осадителей, необходимо погасить, добавив 1—2 капли этилового эфира.

После оседания пены объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки.

Затем содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу вместимостью 150 см^3.

6.4.3 Первую мутную порцию фильтрата удаляют. Последующим фильтратом заполняют поляриметрическую кювету таким образом, чтобы при повороте кюветы в вертикальное положение раствор выступал над краями кюветы в виде выпуклого мениска.

Кювету закрывают покровным стеклом, не допуская образования в ней пузырьков воздуха.

После проверки нулевой точки на шкале поляриметра кювету с раствором помещают в желоб поляриметра и закрывают крышку. Фильтрат поляризуют, добиваясь однородности окраски поля.

В момент достижения однородности окраски поля снимают отсчет показаний шкалы поляриметра.

6.4.4 Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по 3—5 отсчетов по шкале сахариметра, при этом расхождения между максимальным и минимальным значениями отсчетов не должны превышать 0,1 градуса шкалы.

Среднеарифметическое значение результатов показаний шкалы сахариметра (P) находят из 6—10 отсчетов.

6.5 Обработка результатов измерений

6.5.1 Массовую долю крахмала в продукте X, %, вычисляют по формуле

$$X = P \cdot K \cdot 100, \quad (1)$$

где P — показание поляриметра, градус шкалы;

K — переводной коэффициент, равный 1,879.

Примечание — Переводной коэффициент рассчитан при длине кюветы поляриметра 200 мм. При использовании кюветы длиной 400 мм результат, полученный по формуле, необходимо разделить на 2.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 8.

6.5.2 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли крахмала поляриметрическим методом при P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли крахмала, %	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Границы относительной погрешности ± δ, %
От 2,0 до 10,0	17	35	22

7 Йодометрический метод

7.1 Сущность метода

Метод основан на окислении альдегидных групп моносахаридов, образующихся при гидролизе крахмала в кислой среде двухвалентной медью, восстановлении оксида меди (II) (CuO) в оксид меди (I) (Cu_2O) и последующем йодометрическом титровании.

Метод распространяется на продукты, в том числе содержащие сахар.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

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

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Бюретки 1-1(2)-1-25-0,05, 1-1(2)-2-5-0,02 по ГОСТ 29251.

Колбы 1-50-2, 2-50-2, 1-100-2, 2-100-2, 1-250-2, 2-250-2, 1-1000-2, 2-1000-2 ТХС по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1, 1-2-10, 2-2-10, 1-2-20, 2-2-20, 1-2-25, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-10-2, 1-100-2, 3-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-150, Кн-2-150 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

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

Воронки В-36-80, В-100-150 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-400-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Сетка асбестовая.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор массовой концентрации 150 г/дм^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а., раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота серная по ГОСТ 4204, 25 %-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 10 %-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор в насыщенном растворе хлористого натрия.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, х. ч. или ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

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

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, раствор массовой концентрации 300 г/дм^3.

Эфир серный.

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 обеспечивающим 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)

Раствор Фелинга готовят непосредственно перед употреблением, смешивая равные объемы растворов № 1 и 2.

Раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (40,000 ± 0,001) г перекристаллизованной сернокислой меди и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор № 2. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (200,000 ± 0,001) г виннокислого калия-натрия и (150,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

7.3.2 Приготовление 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (1,000 ± 0,001) г фенолфталеина и растворяют в 70 см^3 этилового спирта. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

7.3.3 Приготовление раствора йодистого калия массовой концентрации 300 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (30,000 ± 0,001) г йодистого калия и 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.

7.3.4 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала в насыщенном растворе хлористого натрия

(1,000 ± 0,001) г крахмала растворяют в 10 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при непрерывном помешивании в 90 см^3 кипящего насыщенного раствора хлористого натрия. Горячий готовый раствор крахмала отфильтровывают в бутылку и закрывают ее пробкой.

Крахмал допускается разливать в маленькие бутылки, закрыть ватными пробками и пастеризовать.

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

7.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 100 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (10,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

7.3.6 Приготовление раствора сернокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (30,000 ± 0,001) г сернокислого цинка и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

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

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (15,000 ± 0,001) г железистосинеродистого калия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

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

7.3.8 Приготовление раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) молярной концентрации 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 можно использовать свежепрокипяченную дистиллированную воду. Охлаждают воду в колбе с закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками прокаленного или гранулированного хлористого кальция.

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

7.3.9 Приготовление 10 %-ного раствора соляной кислоты

Мерным цилиндром отмеривают 240 см^3 концентрированной соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и разбавляют дистиллированной водой до метки.

7.3.10 Приготовление 25 %-ного раствора серной кислоты

Мерным цилиндром отмеривают 100 см^3 концентрированной серной кислоты и осторожно, небольшими порциями, приливают к 530 см^3 дистиллированной воды. После охлаждения раствор тщательно перемешивают.

7.3.11 Массовую долю сахаров в продукте определяют в соответствии с требованиями ГОСТ Р 54667, ГОСТ 29248, ГОСТ 30305.2, ГОСТ 30648.7.

7.4 Проведение измерений

7.4.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают (20,000 ± 0,001) г пробы продукта, подготовленного по 4.2, взвешенного до третьего знака после запятой, добавляют небольшими порциями 80 см^3 10 %-ного раствора соляной кислоты по 7.3.9, одновременно размешивая пробу стеклянной палочкой.

Колбу подсоединяют к обратному холодильнику и кипятят в течение 15 мин, периодически перемешивая.

Затем колбу охлаждают под струей холодной воды до температуры (20 ± 2) °С. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, используя дистиллированную воду. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, при этом уровень отделившегося жира должен располагаться над меткой мерной колбы. Раствор тщательно перемешивают.

Содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр. 25 см^3 фильтрата вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 1 каплю раствора фенолфталеина по 7.3.2 и нейтрализуют фильтрат раствором гидроокиси натрия по 7.3.5 до появления от одной капли щелочи красноватой окраски. Добавляют в колбу по каплям 10%-ный раствор соляной кислоты по 7.3.9 до исчезновения красноватой окраски и еще 2—3 капли для обеспечения слабокислой реакции раствора.

Для осветления гидролизата и осаждения белков к раствору в колбе добавляют 1,5 см^3 раствора железистосинеродистого калия по 7.3.7 и 1,5 см^3 раствора сернокислого цинка по 7.3.6. Колбу с содержимым охлаждают до комнатной температуры, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки (в случае образования пены добавляют 1—3 капли серного эфира), перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

7.4.2 10 см^3 фильтрата (при контрольном определении — 10 см^3 дистиллированной воды) вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 20 см^3 жидкости Фелинга по 7.3.1, перемешивают и кипятят в течение 3 мин.

После кипячения колбу с содержимым тотчас же охлаждают холодной водой, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и дают осесть выпавшей закиси меди.

В коническую колбу вместимостью 150 см^3 вносят 20 см^3 отстоявшейся жидкости, последовательно добавляют цилиндром 10 см^3 раствора йодистого калия по 7.3.3 и 10 см^3 25 %-ного раствора серной кислоты по 7.3.10. Желтовато-коричневый от выделившегося йода раствор сразу титруют раствором тиосульфата натрия по 7.3.8 до слабо-желтой окраски. Затем добавляют 1 см^3 раствора крахмала по 7.3.4 и продолжают титрование медленно (с промежутками между каплями 5—6 с до полного исчезновения синей окраски раствора. Так же проводят титрование контрольного раствора.

7.5 Обработка результатов измерений

7.5.1 Для вычисления массовой доли крахмала предварительно вычисляют объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия (V), см^3, по формуле

$$V = \frac{K \cdot (V_0 - V_1) \cdot 100}{20}, \qquad (2)$$

где К — поправка к титру раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, вычисленная до четвертого десятичного знака по ГОСТ 25794.2;

V_0 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

100 — разбавление гидролизата после кипячения, см^3;

20 — объем титруемого раствора, см^3.

Затем определяют соответствующую этому объему массу крахмала (m), мг, по таблице 2 (см. пример в приложении А) и выражают ее в граммах.

Таблица 2

Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, см^3	Масса крахмала, мг	Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, см^3	Масса крахмала, мг	Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, см^3	Масса крахмала, мг
1	2,8	8	23,1	15	45,0
2	5,6	9	26,1	16	48,3
3	8,4	10	29,2	17	51,6
4	11,3	11	32,3	18	54,9
5	14,2	12	35,4	19	58,2
6	17,1	13	38,6	20	61,6
7	20,1	14	41,8		

7.5.2 Массовую долю крахмала в продукте X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{250 \cdot 50 \cdot 100 \cdot m}{20 \cdot 25 \cdot 10} = 250 \cdot m, \quad (3)$$

где 250 — объем гидролизата, см^3;
50 — разбавление гидролизата после нейтрализации и осаждения белков, см^3;
m — масса крахмала, определенная по таблице 2 и выраженная в граммах;
20 — масса пробы продукта, г;
25 — объем гидролизата для нейтрализации и осаждения белков, см^3;
10 — объем гидролизата для кипячения, см^3.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 8.

7.5.3 Массовую долю крахмала в продукте с сахаром X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = L - \frac{250 \cdot 50 \cdot 100 \cdot m}{20 \cdot 25 \cdot 10} = L - 250 \cdot m, \quad (4)$$

где L — массовая доля сахара, определенная в соответствии с требованиями ГОСТ Р 54667, ГОСТ 29248, ГОСТ 30305.2, ГОСТ 30648.7 (7.3.11 настоящего стандарта), %;
250 — объем гидролизата, см^3;
50 — разбавление гидролизата после нейтрализации и осаждения белков, см^3;
m — масса крахмала, определенная по таблице 2 и выраженная в граммах;
20 — масса пробы продукта, г;
25 — объем гидролизата для нейтрализации и осаждения белков, см^3;
10 — объем гидролизата для кипячения, см^3.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 8.

7.5.4 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли крахмала йодометрическим методом при P = 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой доли крахмала, %	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Границы относительной погрешности ± δ, %
От 1,0 до 10,0	15	30	22

8 Проверка приемлемости результатов определений

8.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

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

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн} \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли крахмала в анализируемых продуктах, полученные в условиях повторяемости, %;
$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;
$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости), %, значение которого приведено в таблицах 1 и 3.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные определения и проверку приемлемости результатов определений 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.

8.2 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли крахмала 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:

$$|X'_1 - X'_2| \le R_{отн.} \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух параллельных определений, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

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

$R_{отн}$ — предел воспроизводимости, %, значения которого приведено в таблицах 1 и 3.

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

9 Оформление результатов

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

$$X_{ср} \pm \delta \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},\ \%,\ \text{при}\ P = 0{,}95,$$

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

δ — границы относительной погрешности измерений, % (таблицы 1 и 3).

10 Требования безопасности

10.1 Требования к помещениям

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- 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 ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019.

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

10.2 Требования к операторам

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

Приложение А
(обязательное)

Пример определения массы крахмала (*m*)

А.1 Пример определения массы крахмала (*m*) по таблице 2 приведен в А.2.

А.2 Если на титрование 20 см^3 контрольного раствора израсходовано 3,5 см^3 (V_0) раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 с поправкой K = 0,99, а на титрование 20 см^3 анализируемого раствора израсходовано 2,2 см^3 (V_1), то объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (V), см^3, равен

$$V = \frac{0{,}99 \cdot (3{,}5 - 2{,}2) \cdot 100}{20} = 6{,}435. \qquad (А.1)$$

По таблице 2 находим соответствующую массу крахмала:

6 см^3 раствора соответствует массе крахмала 17,1 мг;

0,435 см^3 раствора — (3,0 · 0,435) = 1,305,

где 3,0 — разность значений массы крахмала для 6 и 7 см^3 раствора тиосульфата натрия.

Массу крахмала, *m*, г, вычисляют следующим образом:

$$m = 17{,}1 + 1{,}305 = 18{,}405 \text{ мг} = 0{,}018405 \text{ г}.$$

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 Группа Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: молоко, продукты переработки молока, поляриметрический метод, йодометрический метод, массовая доля крахмала, термины и определения, сущность метода, отбор проб, подготовка к проведению измерений, обработка результатов измерений, контроль точности результатов измерений, границы относительной погрешности, оформление результатов, требования безопасности

Редактор *Е.В. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.07.2012. Подписано в печать 23.07.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,45. Тираж 216 экз. Зак. 642.

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