УДК 637.147.2.001.4

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 4887—84
	КАЗЕИН ТЕХНИЧЕСКИЙ КИСЛОТНЫЙ Метод определения массовой доли лактозы	Группа Н99

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на технический кислотный казеин с массовой долей лактозы не более 2,0%.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в растворении казеина в двууглекислом натрии, осаждении его уксусной кислотой и уксуснокислым натрием при pH=4,6, фильтрации, последующем добавлении фенола и серной кислоты в фильтрат и фотометрическом измерении интенсивности окраски раствора лактозы при длине волны 490 nm.

2. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

2.1. При проведении испытаний следует соблюдать требования СТ СЭВ 804—77.

2.2. Для проведения испытаний применяют реактивы квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

2.3. При работе с концентрированной серной кислотой и фенолом должны быть обеспечены приточно-вытяжная вентиляция и строгое соблюдение всех действующих правил по технике безопасности. Работу с этими реактивами следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории, применяя при этом индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки, защитные очки).

3. ПРОБЫ

Техника отбора проб — по СТ СЭВ 1745—79.

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству в области стандартизации
Варшава, декабрь 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

4. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Для проведения испытания применяют:

1) мельницу или другое измельчающее устройство, обеспечивающее размол казеина до получения частиц размером не более 500 μm без выделения тепла и потерь влаги;

2) сита лабораторные с проволочной сеткой, имеющие номинальный размер отверстия от 450 до 500 μm;

3) весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 g и погрешностью взвешивания не более ±0,001 g;

4) бани водяные с регулируемым обогревом;

5) фотоколориметр или спектрофотометр, пригодный для измерений при длине волны 490 nm, с кюветой с толщиной поглощающего свет слоя от 1 до 2 mm;

6) дозатор, обеспечивающий внесение в пробирку 5 cm^3 концентрированной серной кислоты в течение 1 s;

7) смеситель, пригодный для перемешивания смеси растворов в пробирках. Его мешалка должна быть устойчива к действию сильной кислоты;

8) стаканы химические высокие с носиком вместимостью 100 cm^3;

9) колбы плоскодонные или конические вместимостью 100 cm^3;

10) колбы конические с пришлифованными пробками или стеклянные банки с полиэтиленовыми крышками вместимостью 200 cm^3;

11) колбы мерные вместимостью 100 cm^3;

12) бутылки из темного стекла с пришлифованными пробками вместимостью от 100 до 200 cm^3;

13) воронки стеклянные диаметром от 60 до 100 mm;

14) пипетки градуированные вместимостью 10 или 25 cm^3;

15) пипетки с одной меткой вместимостью 1; 2; 15 и 25 cm^3;

16) микропипетки вместимостью 0,2 cm^3 с ценой деления шкалы 0,001 cm^3 или 0,002 cm^3 или дозатор той же вместимости;

17) термометр ртутный стеклянный лабораторный с диапазоном измерения от 0 до 100°С и ценой деления шкалы 1°С;

18) пробирки стеклянные вместимостью 40 cm^3, снабженные пришлифованными пробками;

19) палочки стеклянные;

20) бумагу фильтровальную со средней скоростью фильтрации;

21) бумагу пергаментную или алюминиевую фольгу размерами 90×90 mm; 50×50 mm.

5. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Для проведения испытания применяют:

1) натрий двууглекислый ($NaHCO_3$);

2) натрий уксуснокислый, раствор c (CH_3COONa) = 1 mol/dm³;

3) кислоту соляную, раствор c (HCl) = 0,1 mol/dm³, или кислоту серную, раствор c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 mol/dm³;

4) кислоту уксусную (CH_3COOH), раствор массовой концентрации 100 g/dm³;

5) лактозу безводную или моногидрат лактозы, раствор массовой концентрации 20,00 g/dm³, готовят следующим способом: взвешивают в химический стакан 2,00 g безводной лактозы или 2,105 g моногидрата лактозы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 cm³, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор лактозы хранят при температуре от 0°С до 4°С не более, чем три недели;

6) кислоту серную (H_2SO_4), концентрированную ϱ_{20} = 1,830—1,840 kg/dm³;

7) фенол (C_6H_5OH) 80%-ный раствор, готовят следующим образом: взвешивают в химический стакан 8 00 g фенола, добавляют 2,00 g воды и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Стакан с содержимым помещают в водяную баню с температурой воды (35±2)°С и выдерживают в ней при постоянном перемешивании до получения гомогенного раствора, добиваясь растворения фенола за 10—15 min.

Раствор фенола хранят в бутылке из темного стекла с пришлифованной пробкой.

6. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

6.1. Взвешивают на пергаментной бумаге или алюминиевой фольге 50,00 g казеина из отобранной пробы и измельчают его. Размолотый казеин просеивают через сито. Оставшиеся на сите частицы казеина измельчают до тех пор, пока они все не пройдут через сито. Молотый казеин не измельчают.

Размолотый казеин помещают в бутылки или банки из темного стекла с плотно закрывающимися крышками для предохранения его от увлажнения или высыхания до начала анализа, который следует проводить в тот же день. При задержке анализа должны быть приняты меры для предохранения пробы от увлажнения или высыхания.

6.2. Для построения градуировочного графика вносят пипеткой 10 cm³ раствора лактозы в мерную колбу вместимостью 100 cm³, доливают воду до метки и перемешивают. Получают

раствор А. 1 cm^3 раствора А соответствует 2 mg безводной лактозы.

Готовят три раствора сравнения, для чего в три мерные колбы вместимостью по 100 cm^3 помещают 1, 2 и 3 cm^3 раствора А, доливают воду до метки и перемешивают содержимое колб. В полученных растворах массовая концентрация безводной лактозы составляет соответственно 20, 40 и 60 $\mu g/cm^3$.

Далее поступают как указано в пп. 7.2 и 7.3. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к дистиллированной воде.

На основании полученных данных строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовые концентрации лактозы, содержащиеся в растворах сравнения, в микрограммах на сантиметр кубический, а на оси ординат — соответствующие им оптические плотности.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

7.1. Взвешивают на пергаментной бумаге или алюминиевой фольге 1,00 g казеина и 0,10 g двууглекислого натрия, переносят их без потерь в химический стакан, добавляют 25 cm^3 воды. Помещают стакан в водяную баню с температурой воды от 60 до 70°С и перемешивают стеклянной палочкой содержимое стакана до полного растворения казеина. Охлаждают раствор до (20±±2)°С и вносят в него последовательно 15 cm^3 воды, 8 cm^3 раствора соляной или серной кислоты и 1 cm^3 раствора уксусной кислоты. Оставляют раствор на 5 min, затем вносят 1 cm^3 раствора уксуснокислого натрия. После внесения каждого составляющего содержимое стакана перемешивают.

Фильтруют раствор через сухой складчатый бумажный фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата.

7.2. Отбирают пипеткой 2 cm^3 фильтрата в пробирку, туда же вносят микропипеткой или дозатором 0,2 cm^3 фенола и перемешивают встряхиванием. Затем добавляют в течение 1 s 5 cm^3 концентрированной серной кислоты, используя дозатор, при этом необходимо направлять струю серной кислоты так, чтобы она попадала не на стенки пробирки, а в жидкость, что способствует лучшему перемешиванию. Закрывают пробирку пробкой и немедленно перемешивают содержимое пробирки, перевертывая ее 4—5 раз. Для перемешивания можно использовать смеситель.

Выдерживают раствор в течение 15 min, затем его охлаждают в течение 5 min в водяной бане при (20±2)°С. Цвет полученного раствора — от светло-желтого до темно-желтого в зависимости от концентрации лактозы.

7.3. После охлаждения раствора сразу же измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 490 nm. Для сравнения применяют контрольный раствор, который готовят также, как испытуемый раствор, но без казеина.

На основании полученных значений оптической плотности определяют по градуировочному графику массовую концентрацию лактозы в испытуемом растворе и в растворе контрольной пробы в микрограммах на сантиметр кубический.

7.4. Если значения полученной оптической плотности больше, чем верхний предел градуировочного графика, то повторяют определение, используя 2 cm^3 разбавленного фильтрата вместо самого фильтрата

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1. Массовую долю безводной лактозы в казеине (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c \cdot 0{,}005}{m}, \qquad (1)$$

где c — массовая концентрация безводной лактозы в исследуемом растворе, определенная по градуировочному графику, $\mu g/cm^3$;

0,005 — коэффициент пересчета;

m — масса пробы казеина, g.

Если для определения использовали разбавленный фильтрат, в формулу вносят соответствующую поправку.

8.2. Массовую долю безводной лактозы в сухом веществе казеина (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - m_1}, \qquad (2)$$

где X_1 — массовая доля безводной лактозы в казеине, %;

m_1 — массовая доля влаги в казеине, %;

$(100 - m_1)$ — массовая доля сухих веществ в пробе казеина, %.

8.3. За результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,03% для определений, выполненных в одной лаборатории.

8.4. Расхождение между результатами определений, выполненных в разных лабораториях, не должно превышать 0,04%.

8.5. Массовую долю безводной лактозы вычисляют до третьего десятичного знака и округляют результаты до второго знака по СТ СЭВ 543—77.

Конец

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация СССР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области пищевой промышленности.
2. Тема — 20.400.22—82.
3. Стандарт СЭВ утвержден на 56-м заседании ПКС.
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны—члены СЭВ	Сроки начала применения стандарта СЭВ	
	в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	в народном хозяйстве
НРБ	—	—
ВНР	Январь 1987 г.	Январь 1987 г.
СРВ		
ГДР	Июль 1986 г.	Июль 1986 г.
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Январь 1986 г.	Январь 1986 г.
СРР	Июль 1986 г.	—
СССР	Июль 1986 г.	
ЧССР	Январь 1987 г.	Январь 1987 г.

5. Срок проверки — 1991 г.
6. Использованные международные документы по стандартизации:
Стандарт СЭВ соответствует стандарту ИСО 5548—80.

gost.e-ecolog.ru