УДК 613.287.55.001.4

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

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СТАНДАРТ СЭВ

МОЛОКО СГУЩЕННОЕ С САХАРОМ

Методы определения массовой доли общего белка

СТ СЭВ 4229—83

Группа Н19

1. МАКРОМЕТОД

1.1. Сущность метода

Метод заключается в разрушении пробы концентрированной серной кислотой и сернокислым калием в присутствии катализатора — сернокислой меди — последовательном подщелачивании, перегонке, титровании освободившегося аммиака и последующем пересчете результатов на белок.

1.2. Общие положения

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

1.2.2. Испытания проводят в помещениях, свободных от паров аммиака.

1.3. Пробы

1.3.1. Техника отбора проб — по СТ СЭВ 1745—79.

1.3.2. Подготовка проб — по СТ СЭВ 823—77.

1.4. Аппаратура

Для проведения испытания применяют:

1) весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 g и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,0002 g;

2) колбу Кьельдаля вместимостью 500 cm^3;

3) мерные цилиндры вместимостью 50 и 100 cm^3;

4) аппаратуру для перегонки по Парнас-Вагнеру, колбу вместимостью 500 cm^3 или другую аналогичную аппаратуру;

5) колбу Эрленмейера вместимостью 200 cm^3;

6) бюретку вместимостью 50 cm^3 и ценой деления 0,05 cm^3 без времени ожидания;

7) стакан химический вместимостью 50 cm^3;

8) шпатель;

9) бутылку для воды, промывалку;

10) термометры с диапазоном измерения от 0 до 100 °С с ценой деления шкалы 1°С;

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству в области стандартизации
Прага, июль 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

11) аппаратуру для сжигания.

1.5. Реактивы и материалы

Для проведения испытания применяют:

1) кислоту серную (H_2SO_4) концентрированную безазотистую $\rho\,20 = 1840$ kg/m^3.

2) кислоту серную, раствор с $(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}1$ mol/dm^3 или кислоту соляную, раствор с $(HCl) = 0{,}1$ mol/dm^3;

3) медь сернокислую пятиводную ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);

4) калий сернокислый безводный (K_2SO_4);

5) кислоту борную (H_3BO_3), раствор с массовой концентрацией 40 g/dm^3;

6) гидроокись натрия (NaOH) безазотистый, раствор с массовой концентрацией 330 g/dm^3 (33 %);

7) смешанный индикатор Таширо готовят растворением 2 g метилового красного ($C_{15}H_{14}O_2N_3$) и 1 g метиленового голубого ($C_{16}H_{18}N_3ClS$) в 1000 cm^3 этилового спирта (95 %). Раствор хранят в склянках из темного стекла в холодном темном месте. Допускается применять и другие индикаторы аналогичного действия;

8) материал, облегчающий кипение, обезжиренный, непористый, недробящийся при употреблении: стеклянные шарики, кусочки карбида кремния. Применение материала необязательно;

9) сахарозу ($C_{12}H_{22}O_{11}$).

1.6. Подготовка к испытанию

1.6.1. Отобранную пробу нагревают до температуры (20±2) °C.

1.6.2. Проводят согласно п. 1.7 контрольный опыт, применяя вместо сгущенного молока с сахаром 1,5—2,0 cm^3 дистиллированной воды или воды аналогичного качества или 1,5—2,0 g сахарозы.

1.7. Проведение испытания

1.7.1. 1,5—2,0 g сгущенного молока с сахаром отвешивают в колбу Кьельдаля и прибавляют 20 cm^3 концентрированной серной кислоты. Добавляют 10 g сернокислого калия и 0,05 g сернокислой меди, смесь нагревают под вытяжкой сначала над малым пламенем до удаления основного количества воды, затем при температуре (360±20) °C до тех пор, пока содержимое колбы станет прозрачным и бесцветным или слабо зеленоватым.

1.7.2. Содержимое колбы охлаждают до температуры (20±2) °C, осторожно добавляют 50 cm^3 воды, перемешивают и количественно переносят в колбу для перегонки при трехкратном дополнительном промывании порциями воды по 30 cm^3. Затем проводят подщелачивание 80 cm^3 раствора гидроокиси натрия. Образовавшийся аммиак отгоняют в потоке водяного пара при хорошем охлаждении.

В качестве приемника применяют колбу Эрленмейера, в кото-

рую наливают 50 cm^3 раствора борной кислоты и 2—3 капли индикатора Таширо и помещают колбу для перегонки под холодильник установки таким образом, чтобы нижний конец холодильника был полностью погружен в жидкость. Перегонка считается законченной, если в течение 30 min содержимое колбы Эрленмейера составит 100 cm^3. За несколько минут до конца перегонки колбу ставят ниже и конец охладительной трубки ополаскивают дистиллированной водой. Жидкость в колбе титруют раствором серной или соляной кислоты до изменения окраски в фиолетовую.

Проводят два параллельных определения.

1.8. Обработка результатов

1.8.1. Массовую долю азота (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot F \cdot 0{,}14}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем серной кислоты $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}1$ mol/dm^3 или соляной кислоты $c(HCl) = 0{,}1$ mol/dm^3, израсходованный на титрование пробы, cm^3;

V_1 — объем серной кислоты с $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}1$ mol/dm^3 или соляной кислоты $c(HCl) = 0{,}1$ mol/dm^3, израсходованный на титрование контрольной пробы, cm^3;

F — коэффициент серной кислоты $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}1$ mol/dm^3 или соляной кислоты, $c(HCl) = 0{,}1$ mol/dm^3, определенный до четвертого десятичного знака, 1 cm^3 серной кислоты $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}1$ mol/dm^3 или соляной кислоты $c(HCl) = 0{,}1$ mol/dm^3, соответствует 1,4 mg азота;

m — масса навески, g.

1.8.2. Массовую долю белка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = X_1 \cdot 6{,}38, \qquad (2)$$

где X_1 — массовая доля азота, вычисленная по формуле (1), %;

6,38 — коэффициент пересчета.

1.8.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,06 % белка. Разница в результатах определений массовой доли белка, проведенных в 2-х лабораториях, не должна превышать 0,12 % белка.

1.9. Настоящий макрометод является арбитражным.

2. ПОЛУМИКРОМЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод заключается в разрушении пробы раствором селена в серной кислоте, последовательном подщелачивании, перегонке, титровании освободившегося аммиака и последующем пересчете результатов на белок.

2.2. Общие положения

Общие положения по п. 1.2.

2.3. Пробы

2.3.1. Техника отбора проб — по СТ СЭВ 1745—79.

2.3.2. Подготовка проб — по СТ СЭВ 823—77.

2.4. Аппаратура

Для проведения испытания применяют:

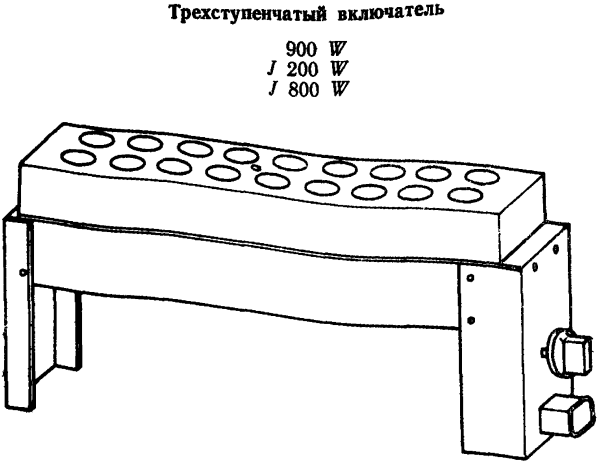
1) весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 g и допускаемой погрешностью взвешивания не более ±0,0002 g;

2) пипетку или дозировочный шприц вместимостью 1 cm^3;

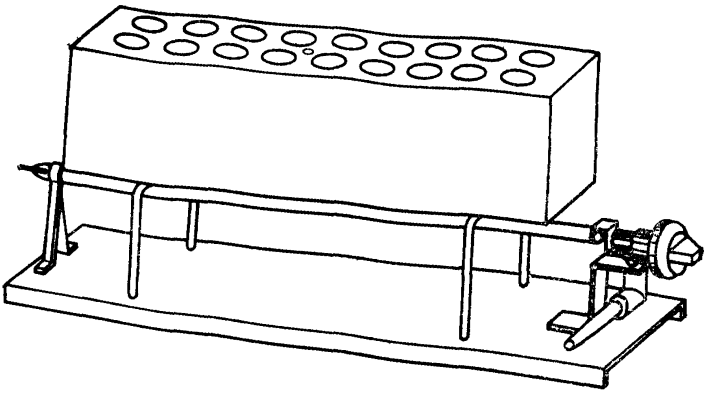
3) бюретку вместимостью 25 cm^3 и ценой деления 0,05 cm^3 без времени ожидания;

4) полумикроаппаратуру Кьельдаля, состоящую из:

— алюминиевого блока 400×100×90 mm с 18 отверстиями диаметром 33 mm, глубиной 85 до 90 mm, нагреваемого газом или электроэнергией (черт. 1 и 2);



Черт. 1



Черт. 2

— колб разложения и перегонки по Конраду цилиндрических, длиной 195 mm, диаметром 32 mm, с нормальным шлифом 19, вместимостью 100 cm^3, с дном, выполненным в виде конуса под углом от 108 до 128° (черт. 3);

5) аппаратуру для перегонки;

6) бюретку предохранительную или экспресс-бюретку вместимостью не менее 4 cm^3;

7) воронку;

8) колбу Эрленмейера вместимостью 100 cm^3;

9) цилиндры мерные вместимостью 1000 cm^3 и 100 cm^3;

10) термометры с диапазоном измерения от 0 до 400 °С, с ценой деления шкалы 1°С и от 0 до 100°С, с ценой деления шкалы 1°С;

11) стакан химический вместимостью 400 cm^3;

12) шпатель;

13) бутылку для воды, промывалку;

14) реле часовое.

2.5. Реактивы и материалы

Для проведения испытания применяют:

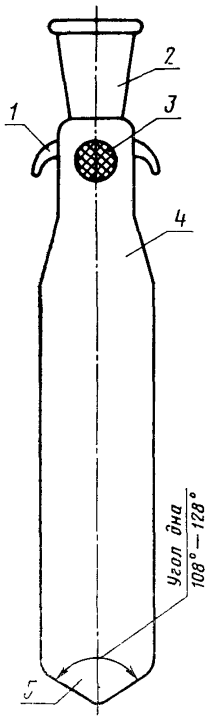
1) раствор селена в серной кислоте готовят следующим образом: 5 g селена растворяют в 1000 cm^3 концентрированной серной кислоты плотностью $\rho\ 20 = 1840\ kg/m^3$ и нагревают до получения бесцветной жидкости;

2) кислоту серную $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 0{,}05\ mol/dm^3$;

3) натрия гидроокись, (NaOH) раствор с массовой концентрацией 330 g/dm^3 (33 %);

4) кислоту борную, (H_3BO_3) раствор с массовой концентрацией 20 g/dm³ (2 %);

5) индикатор Таширо — смесь из 100 cm³ метилового красного раствора = 0,3 g/dm³ (в 70 %-ном спирте) и 15 cm³ раствора метиленового голубого (в воде) = 1 g/dm³. Раствор хранят в склянках из темного стекла в холодном темном месте;



1—подвесной крючок; *2*—нормальный шлиф; *3*—матовая площадь; *4*—горло; *5*—дно

Черт 3

6) тимолфталеин 1 g/dm³, спиртовой раствор, по СТ СЭВ 809—77;

7) сахарозу ($C_{12}H_{22}O_{11}$).

2.6. Подготовка к испытанию

2.6.1. Отобранную пробу нагревают до температуры (20±2) °С.

2.6.2. Проводят контрольный опыт, применяя вместо сгущенного молока с сахаром 0,5 cm³ дистиллированной воды или 0,5 g сахарозы.

2.7. Проведение испытания

0,50 g сгущенного молока с сахаром взвешивают в колбе разложения и прибавляют 4 cm³ раствор селена в серной кислоте. При помощи насыпной воронки и шпателя добавляют от 0,5 до 1 g сернокислого калия и взбалтывают. Колбы разложения нагревают в алюминиевом нагревательном блоке до температуры (360±10) °С и при многократном взбалтывании выдерживают при этой температуре до тех пор, пока содержимое станет прозрачным и бесцветным. После охлаждения содержимое колбы разводят эквивалентным количеством дистиллированной воды, добавляют 2 капли раствора тимолфталеина и подключают колбу разложения к аппарату для перегонки.

В качестве приемника применяют колбу Эрленмейера, в которую наливают около 20 cm³ раствора борной кислоты и несколько капель индикатора Таширо. Колбу помещают таким образом, чтобы нижний конец холодильника был полностью погружен в жидкость.

К раствору разложения добавляют раствор гидроокиси натрия до перехода окраски раствора в синюю и дистиллируют в течение 3 min в потоке водяного пара. Через 2 min после перехода фиолетовой окраски раствора борной кислоты в зеленую приемник снимают, дистиллируют еще в течение 60 s и титруют 0,05 mol/dm³

раствором серной кислоты до перехода окраски в фиолетовую.

Проводят два параллельных определения.

2.8. Обработка результатов

2.8.1. Массовую долю азота (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot F \cdot 0{,}07}{m}, \qquad (3)$$

где V_2 — объем серной кислоты с $(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}05$ mol/dm³, израсходованный на титрование исследуемой пробы, cm³;

V_3 — объем серной кислоты с $(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}05$ mol/dm³, израсходованный на титрование контрольной пробы, cm³,

F — коэффициент серной кислоты с $(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}05$ mol/dm³, определенный до четвертого знака после запятой; 1 cm³ серной кислоты с $(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}05$ mol/dm³ соответствует 0,7 mg азота;

m — масса навески пробы в g.

2.8.2. Массовую долю белка (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = X_3 \cdot 6{,}38 . \qquad (4)$$

где X_3 — массовая доля азота, вычисленная по формуле (3), %;

6,38 — коэффициент пересчета.

2.8.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,04 % белка.

Разница в результатах определений массовой доли белка, проведенных в 2-х лабораториях, не должна превышать 0,08 % белка.

Конец

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 Автор — делегация ГДР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области пищевой промышленности

2. Тема — 20 400 19—81

3 Стандарт СЭВ утвержден на 53-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 1985 г	Январь 1985 г
СРВ		
ГДР	Январь 1985 г	Январь 1985 г
Республика Куба		
МНР		
ПНР		
СРР	Январь 1985 г.	—
СССР	Январь 1985 г.	—
ЧССР	Июль 1985 г.	Июль 1985 г

5 Срок первой проверки — 1990 г, периодичность проверки — 5 лет

Сдано в наб 11 11 83 Подп. в печ. 16 01 84 0,5 п л 0 5 усл кр. отт 0,48 уч изд л
Тир 860 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер , 3
ская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 3311

gost.e-ecolog.ru