ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПАТОКА КРАХМАЛЬНАЯ

Общие технические условия

Издание официальное

БЗ 3—2002/38

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом крахмалопродуктов (ГНУ ВНИИК)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 250 «Крахмалопродукты и картофелепродукты»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 28 мая 2003 г. № 163-ст

3 Инструментальная оценка некоторых показателей качества крахмальной патоки гармонизирована со следующими международными методиками:

- цвета и мутности: с фотометрическим методом I — в единицах ICUMSA Международной комиссии по унификации методов анализа сахаров и III — в единицах ЕВС Европейской ассоциации пивоваров (приложения Б и Г);
- массовой доли сухих веществ: с рефрактометрическими методами I и II — ИСО 1743—82 и с применением вакуумного шкафа — ИСО 1742—80 (5.2.4 — 5.2.6);
- массовой доли редуцирующих веществ: с методом постоянного титра Лейна-Эйнона — ИСО 2377—81 (5.2.8);
- массовой доли отдельных сахаров (углеводного состава): с методом высокоэффективной жидкостной хроматографии — ИСО 10504—99 (приложение Д)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПАТОКА КРАХМАЛЬНАЯ

Общие технические условия

Starch syrup. General specifications

Дата введения 2004—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на крахмальную патоку (glucose syrup — глюкозный сироп, maltose syrup — мальтозный сироп, starch syrup — крахмальный сироп, corn syrup — кукурузный сироп), вырабатываемую путем гидролиза крахмала с применением кислот и/или амилолитических ферментных препаратов с последующим фильтрованием гидролизата, обесцвечиванием его активным углем и увариванием до определенной массовой доли сухих веществ (далее — патока).

Патока в зависимости от углеводного состава применяется в различных отраслях пищевой промышленности.

Требования к патоке, обеспечивающие безопасность для жизни и здоровья населения, изложены в 3.1.2, 3.1.3 и 3.2.

Термины и определения по ГОСТ Р 51953.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 21—94 Сахар-песок. Технические условия

ГОСТ 246—76 Гидросульфит натрия технический. Технические условия

ГОСТ 332—91 Ткани хлопчатобумажные и смешанные суровые фильтровальные. Технические условия

ГОСТ 857—95 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия

ГОСТ 902—76 Натрия бисульфит технический (водный раствор). Технические условия

ГОСТ 975—88 Глюкоза кристаллическая гидратная. Технические условия

ГОСТ 1129—93 Масло подсолнечное. Технические условия

ГОСТ 1381—73 Уротропин технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2184—77 Кислота серная техническая. Технические условия

ГОСТ 2263—79 Натр едкий технический. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия

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

ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 4680—49 Метод пересчета веса гигроскопических материалов и продуктов при отклонении их влажности от нормированной (рекомендуемый)

ГОСТ 5037—97 Фляги металлические для молока и молочных продуктов. Технические условия

ГОСТ 5100—85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 5841—74 Гидразин сернокислый

Издание официальное

ГОСТ 5845—79 Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6038—79 Д-глюкоза. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7699—78 Крахмал картофельный. Технические условия

ГОСТ 8808—2000 Масло кукурузное. Технические условия

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

ГОСТ 9218—86 Цистерны для пищевых жидкостей, устанавливаемые на автотранспортные средства. Общие технические условия

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10444.12—88 Продукты пищевые. Метод определения дрожжей и плесневых грибов

ГОСТ 10444.15—94 Продукты пищевые. Методы определения количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11683—76 (ИСО 3627—76) Пиросульфит натрия технический. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия

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

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20464—75 Уголь активный АГ-3. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. 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 26668—85 Продукты пищевые и вкусовые. Методы отбора проб для микробиологических анализов

ГОСТ 26669—85 Продукты пищевые и вкусовые. Подготовка проб для микробиологических анализов

ГОСТ 26670—91 Продукты пищевые. Методы культивирования микроорганизмов

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

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

ГОСТ 30518—97/ГОСТ Р 50474—93 Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий)

ГОСТ 30519—97/ГОСТ Р 50480—93 Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella

ГОСТ 30566—98 Порошок перлитовый фильтровальный. Технические условия

ГОСТ Р 50545—93 (ИСО 1742—80) Сиропы глюкозы. Определение сухого вещества с применением вакуумного шкафа

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

ГОСТ Р 51723—2001 Спирт этиловый питьевой 95 %-ный. Технические условия
ГОСТ Р 51953—2002 Крахмал и крахмалопродукты. Термины и определения
ГОСТ Р 51985—2002 Крахмал кукурузный. Общие технические условия
СанПиН 2.3.2.1078—2001 Гигиенические требования к безопасности и пищевой ценности продуктов

3 Общие технические требования

Патоку вырабатывают в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

3.1 Характеристики

В зависимости от способа производства и углеводного состава патоку подразделяют на следующие виды:

- низкоосахаренная;
- карамельная кислотная;
- карамельная ферментативная;
- мальтозная, в составе которой преобладает мальтоза;
- высокоосахаренная — с массовой долей редуцирующих веществ (глюкозный эквивалент) 45 % и более.

3.1.1 По органолептическим и физико-химическим показателям патока должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика по видам патоки и норма					Метод анализа (пункты)
	низкоосахаренной	карамельной кислотной	карамельной ферментативной	мальтозной	высокоосахаренной	
Внешний вид	Густая вязкая жидкость					—
Вкус и запах	Свойственный патоке, без постороннего привкуса и запаха					5.2.1
Прозрачность	Прозрачная. Допускается опалесценция	Прозрачная. Допускается опалесценция	Прозрачная	Прозрачная	Прозрачная	5.2.2
Цвет: визуальная оценка	От бесцветного до бледно-желтого разных оттенков					5.2.2
Массовая доля сухого вещества, %, не менее	78,0	78,0	78,0	78,0	78,0	5.2.4, 5.2.5, 5.2.6
Массовая доля редуцирующих веществ в пересчете на сухое вещество (глюкозный эквивалент), %	26—35	36—44	36—44	38 и более	45 и более	5.2.7, 5.2.8
Массовая доля общей золы в пересчете на сухое вещество, %, не более	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	5.2.9
Водородный показатель, pH	4,0—6,0	4,0—6,0	4,0—6,0	4,0—6,0	4,0—6,0	5.2.10
Кислотность — объем раствора гидроокиси натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) на нейтрализацию кислот и кислых солей в 100 г сухого вещества патоки:						5.2.11
из картофельного и других видов клубневого крахмала, см^3, не более	27	27	Не нормируется			

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Характеристика по видам патоки и норма					Метод анализа (пункты)
	низкоосахаренной	карамельной кислотной	карамельной ферментативной	мальтозной	высокоосахаренной	
из кукурузного и других видов зернового крахмала, $см^3$, не более	15	15	Не нормируется			5.2.11
Содержание диоксида серы (SO_2), мг/кг, не более	40	40	40	40	40	5.2.12
Температура карамельной пробы, °С	155	145	140	Не нормируется		5.2.13
Наличие видимых посторонних механических примесей	Не допускается					5.2.2

Примечания

1 Дополнительные требования к качеству патоки могут быть определены по контракту с потребителем.

2 Допускается по договоренности с потребителем устанавливать нормы показателей «Цвет», «Мутность» и «Массовая доля отдельных сахаров (углеводный состав)», которые определяют инструментальным методом (приложения Б, В, Г, Д), а также норму «цвета йодной пробы», которую определяют по 5.2.3.

3 Параметр «массовая доля общей золы» предприятие-изготовитель контролирует периодически не реже одного раза в 10 дней в средней пробе по каждому виду патоки.

4 Для патоки, предназначенной исключительно для сахаристых кондитерских продуктов, допускается «содержание диоксида серы (SO_2)» не более 200 мг/кг.

5 По требованию потребителя допускается массовая доля сухого вещества патоки менее 78 %.

6 При отклонении массовой доли сухого вещества от нормированной допускается пересчет массы партии патоки на 78 % сухого вещества, проводимый по ГОСТ 4680.

3.1.2 Содержание токсичных элементов, пестицидов и радионуклидов не должно превышать допустимые уровни, установленные СанПиН 2.3.2.1078 (1.9.8).

3.1.3 По микробиологическим показателям качество патоки должно соответствовать требованиям, установленным СанПиН 2.3.2.1078 (1.9.8.1).

3.2 Требования к сырью и вспомогательным материалам

3.2.1 Для производства патоки применяют следующие виды сырья:

- крахмальную суспензию с массовой долей сухого вещества 32 %—41 %;
- крахмал:

кукурузный по ГОСТ Р 51985;
пшеничный по нормативному документу (НД);
ячменный по НД;
ржаной по НД;
сорговый по НД;
картофельный по ГОСТ 7699;
тапиоковый по НД
и другие виды крахмала.

3.2.2 Для производства патоки применяют следующие виды вспомогательных материалов:

- препараты ферментные:

бактериальную альфа-амилазу — амилосубтилин Г18х или Г20х по НД;
термостабильную бактериальную альфа-амилазу по НД;
глюкоамилазу очищенную — глюкаваморин Г18х или Г20х по НД;
грибную альфа-амилазу — амилоризин П10х по НД.
Допускается применение других ферментных препаратов соответствующего действия;

- кислоту соляную синтетическую техническую по ГОСТ 857;
- соду кальцинированную техническую по ГОСТ 5100;

- натр едкий технический (сода каустическая) по ГОСТ 2263;
- гидросульфит натрия технический по ГОСТ 246;
- натрия бисульфит технический (водный раствор) по ГОСТ 902;
- пиросульфит натрия технический по ГОСТ 11683;
- натрий сернистокислый пиро (метабисульфит натрия) по НД;
- масло растительное рафинированное дезодорированное: кукурузное по ГОСТ 8808 или подсолнечное по ГОСТ 1129, или другие виды пищевых растительных масел по НД;
- материалы фильтрующие:

кизельгур по НД;

порошок перлитовый фильтровальный по ГОСТ 30566;

уголь активный гранулированный АГ-3 по ГОСТ 20464;

уголь активный осветляющий древесный порошкообразный марки ОУ-Б по ГОСТ 4453;

ткань фильтровальную по ГОСТ 332;

фильтродиагональ хлопчатобумажную по НД.

Допускается применение других реагентов, фильтровальных порошков, осветляющих углей, фильтровальных тканей.

Допускается применение импортных сырья и материалов.

3.2.3 Сырье и вспомогательные материалы должны быть разрешены органами госсанэпиднадзора Минздрава России для производства пищевых продуктов.

3.2.4 Каждая партия сырья, поступающая для производства патоки, должна сопровождаться удостоверением качества и безопасности.

3.3 Упаковка

3.3.1 Все виды упаковки должны обеспечивать сохранность патоки при ее транспортировании и хранении.

3.3.2 Патоку заливают в следующую упаковку:

- вагоны-цистерны для патоки модели 15—1413 или 15-1565, или 15-1613, или другие вагоны-цистерны для пищевых жидкостей по НД;
- контейнер-цистерну марки 526 Н.С.00.000 по НД;
- автоцистерны для пищевых жидкостей по ГОСТ 9218;
- автоцистерны термические по НД;
- бочки стальные по ГОСТ 13950;
- бочки алюминиевые для пищевых жидкостей по НД;
- бочки из полимерных материалов по НД;
- фляги для молока металлические по ГОСТ 5037.

Цистерны должны быть снабжены в нижней части змеевиком или паровой рубашкой для подогрева патоки и устройством для слива.

Допускается упаковка патоки в другие виды емкостей, в том числе и импортные.

Все виды упаковки должны быть разрешены органами госсанэпиднадзора Минздрава России.

3.4 Маркировка

3.4.1 Маркировка транспортной тары

3.4.1.1 На каждую железнодорожную цистерну масляной краской наносят трафарет с указанием вместимости котла и массы тары.

3.4.1.2 Транспортная маркировка бочек и фляг

На каждую бочку или флягу маркировку наносят непосредственно на поверхность или на ярлык, наклеиваемый на боковую поверхность, или иным способом. Допускается защита ярлыка путем заклеивания его полиэтиленовой пленкой или помещения ярлыка в полиэтиленовый пакетик, прикрепленный к горловине бочки или фляги.

Маркировка должна содержать следующую информацию:

- наименование продукта;
- вид патоки;
- наименование и местонахождение (адрес, включая страну) изготовителя, упаковщика, экспортера, импортера;
- товарный знак изготовителя (при его наличии);
- дату изготовления и дату упаковывания;
- массу нетто упаковочной единицы;

- номер бочки, фляги;
- номер партии;
- пищевую ценность 100 г патоки;
- условия хранения;
- срок хранения;
- обозначение стандарта, по которому изготовлена и может быть идентифицирована патока;
- информацию о сертификации (при необходимости).

Информационные сведения о пищевой и энергетической ценности 100 г патоки приведены в приложении А.

3.4.1.3 В соответствии с условиями контракта на маркировку допускается наносить любую дополнительную информацию.

4 Правила приемки

4.1 Патоку принимают партиями. Партией считают патоку одного вида, выработанную одним предприятием, в одинаковой упаковке и оформленную одним удостоверением качества и безопасности.

4.2 Каждую партию патоки сопровождают удостоверением качества и безопасности, в котором изготовитель удостоверяет соответствие ее качества и безопасности требованиям настоящего стандарта.

По договоренности с потребителем в удостоверение может быть внесена любая дополнительная информация, характеризующая продукт.

4.3 Проверке состояния упаковки и соответствия маркировки требованиям настоящего стандарта подлежит каждая цистерна и каждая десятая бочка или фляга.

4.4 Для определения качества патоки от партии отбирают выборку — каждую цистерну и каждую десятую бочку или флягу. Если партия состоит из десяти и менее бочек или фляг, то отбирают не менее трех единиц упаковки.

4.5 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному показателю проводят повторный анализ на удвоенной выборке от той же партии. Результат повторного анализа распространяют на всю партию.

4.6 Периодичность контроля параметров безопасности (содержания токсичных элементов, пестицидов, радионуклидов и микробиологических показателей) устанавливается изготовителем по согласованию с территориальными органами госсанэпиднадзора Минздрава России.

5 Отбор проб и методы анализа

5.1 Отбор и подготовка проб

5.1.1 От каждой цистерны, бочки или фляги, отобранной по 4.4, отбирают пробоотборником точечные пробы патоки.

От каждой бочки или фляги точечные пробы отбирают равными количествами.

Из цистерны точечные пробы отбирают в процессе налива или слива (в начале, середине и в конце), а также ковшом-пробоотборником или деревянным заостренным веслом в среднем слое на глубине 50—70 см от верхнего уровня.

5.1.2 Отобранные точечные пробы соединяют вместе в ведре, тщательно перемешивают и составляют объединенную пробу массой не менее 2 кг. Для обеспечения хорошего перемешивания допускается подогрев патоки на водяной бане или в микроволновой печи до температуры не выше 60 °С.

Из объединенной пробы выделяют две части массой не менее 0,5 кг каждая и помещают в чистые сухие плотно закрывающиеся стеклянные или пластиковые банки.

Банки снабжают этикетками с указанием:

- наименования предприятия-изготовителя;
- наименования продукта;
- вида патоки;
- номера накладной;

- номера цистерны, вагона или машины;
- номера партии;
- массы партии;
- даты и места отбора проб;
- фамилий и подписей, участвующих в отборе пробы;
- обозначения настоящего стандарта.

Одну из банок передают на анализ, а другую опечатывают или пломбируют и хранят в течение 1,5 мес при комнатной температуре на случай возникновения разногласий в оценке качества патоки между потребителем и изготовителем.

5.1.3 Подготовка проб для определения токсичных элементов — по ГОСТ 26929; для определения пестицидов и радионуклидов — по методикам НД госсанэпиднадзора Минздрава России.

5.1.4 Отбор и подготовка проб для определения микробиологических показателей — по ГОСТ 26668 и ГОСТ 26669.

5.2 Методы анализа

5.2.1 Определение вкуса и запаха

Сущность метода заключается в органолептическом определении вкуса и запаха патоки.

5.2.1.1 Средства измерения и вспомогательные устройства

Стакан стеклянный В-1-250 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0°С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.2.1.2 Проведение анализа

В стеклянный стакан наливают пробу патоки. Вкус и запах патоки определяют органолептически. Для получения более отчетливого запаха патоку нагревают на водяной бане до 50 °С—60 °С или растворяют горячей 50 °С—60 °С дистиллированной водой в соотношении 1:1.

5.2.2 Определение прозрачности, цвета патоки, наличия видимых посторонних механических примесей

Сущность метода заключается в визуальной оценке толщины слоя патоки, налитой в лабораторный стакан из бесцветного стекла.

5.2.2.1 Вспомогательные устройства

Стаканы стеклянные В-1-100 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

5.2.2.2 Проведение анализа

Прозрачность, цвет патоки и наличие видимых посторонних механических примесей определяют путем визуальной оценки (на уровне глаз) толщины слоя патоки, налитой в стеклянный стакан из бесцветного стекла вместимостью 100 $см^3$.

5.2.3 Метод определения цвета йодной пробы

Йодная проба — это тест, позволяющий визуально выявить во всех видах патоки, за исключением низкоосахаренной и карамельной кислотной, присутствие крахмала и декстринов (полимерные цепи, состоящие из более чем 45 глюкозных остатков).

5.2.3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Криостат жидкостный, обеспечивающий охлаждение до 1 °С — 10 °С.

Стаканы стеклянные В-1-100 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2-250-34 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-1-2-1 по ГОСТ 29227.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.д.а.

Йод кристаллический по ГОСТ 4159.

Стандарт-титры (фиксаналы) йод 0,1 н.

Палочки стеклянные.

Шпатели пластиковые.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2.3.2 Подготовка к проведению анализа

Готовят 0,02 н. раствор йода пятикратным разбавлением дистиллированной водой 0,1 н. раствора йода, приготовленного из фиксанала или по ГОСТ 25794.2.

0,02 н. раствор йода хранят при комнатной температуре в склянке из темного стекла не более 2 сут.

5.2.3.3 Проведение анализа

В коническую колбу стеклянной палочкой или пластиковым шпателем помещают и взвешивают навеску патоки массой (25±0,2) г. Приливают (25 ± 0,2) г горячей 50 °С — 60 °С дистиллированной воды и тщательно перемешивают до полного растворения патоки.

Раствор патоки охлаждают до температуры (5 ± 3) °С. При постоянном перемешивании добавляют по каплям 0,02 н. раствора йода до появления слабой желтой окраски. Затем определяют температуру раствора и, при необходимости, его охлаждают до (5 ± 3) °С. Добавляют точно 1,0 $см^3$ 0,02 н. раствора йода, перемешивают и немедленно оценивают визуально окраску раствора патоки:

желтая — декстрины отсутствуют;

оранжевая — присутствуют следовые количества декстринов;

коричневая — присутствуют декстрины;

пурпурная — присутствует значительное количество декстринов;

зеленая — присутствуют следы крахмала;

синяя — присутствие крахмала;

серая или черная — присутствует ретроградированный крахмал.

5.2.4 Определение массовой доли сухого вещества. Рефрактометрический метод I (для карамельной кислотной патоки)

Сущность метода заключается в определении на рефрактометре «видимой» массовой доли сухого вещества с последующим пересчетом в «истинную» массовую долю сухого вещества. Метод применим при массовой доле 77 % — 80 % сухого вещества.

5.2.4.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Рефрактометр диапазоном измерения массовой доли сухого вещества (сахарозы) в растворе от 0 % до 85 % и допускаемой основной погрешностью ±0,1 %.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы стеклянные лабораторные с носиком В-1-50 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Палочка пластиковая.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.2.4.2 Проведение анализа

1—2 капли патоки наносят на призму рефрактометра и снимают показания прибора по шкале сухих веществ в процентах.

Определение проводят при температуре патоки 20 °С. При отклонении температуры от указанной к показанию рефрактометра вводится поправка по таблице 2.

Для определения коэффициента пересчета «видимой» массовой доли сухого вещества в «истинную» проводят операции в соответствии с 5.2.7.1 — 5.2.7.3.

Проводят два параллельных определения.

5.2.4.3 Обработка результатов

Массовую долю сухого вещества патоки $m_{с.в}$, %, вычисляют по формуле

$$m_{с.в} = XK, \qquad (1)$$

где X — показание рефрактометра при температуре 20 °С, %;

K — коэффициент пересчета «видимой» массовой доли сухого вещества в «истинную», находят по таблице 3 по показанию сахариметра при поляризации основного раствора патоки, приготовленного по 5.2.7.2.

Таблица 2 — Температурные поправки к показаниям лабораторного рефрактометра при отклонении от температуры 20 °С

Температура патоки, °С	Поправки к показаниям шкалы рефрактометра при «видимой» массовой доле сухого вещества патоки, %														
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70 и более
	Из показаний прибора вычесть														
10	0,50	0,54	0,58	0,61	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72	0,73	0,74	0,75	0,76	0,78	0,79
11	0,46	0,49	0,53	0,55	0,58	0,60	0,62	0,64	0,65	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71
12	0,42	0,45	0,48	0,50	0,52	0,54	0,56	0,57	0,57	0,59	0,60	0,61	0,61	0,63	0,63
13	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,49	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,54	0,55	0,55
14	0,33	0,35	0,37	0,39	0,40	0,41	0,42	0,43	0,44	0,45	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,36	0,37	0,37	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	0,32
17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
	К показаниям прибора прибавить														
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
27	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
28	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64
29	0,64	0,66	0,68	0,69	0,71	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73
30	0,72	0,74	0,77	0,78	0,79	0,80	0,80	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81

Таблица 3 — Коэффициент пересчета при рефрактометрическом определении сухого вещества патоки по показаниям сахариметра при поляризации основного раствора патоки

Отсчет по сахариметру, °S	Десятые доли отсчета по сахариметру									
	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
55	0,9820	0,9819	0,9818	0,9817	0,9816	0,9815	0,9814	0,9813	0,9812	0,9811
56	0,9810	0,9809	0,9807	0,9806	0,9805	0,9804	0,9803	0,9802	0,9801	0,9800
57	0,9799	0,9798	0,9797	0,9796	0,9795	0,9794	0,9793	0,9792	0,9791	0,9790
58	0,9789	0,9788	0,9787	0,9786	0,9785	0,9784	0,9783	0,9782	0,9780	0,9779
59	0,9778	0,9777	0,9776	0,9775	0,9774	0,9773	0,9772	0,9771	0,9770	0,9769
60	0,9768	0,9767	0,9766	0,9765	0,9764	0,9763	0,9762	0,9761	0,9760	0,9759
61	0,9758	0,9757	0,9755	0,9754	0,9753	0,9752	0,9751	0,9750	0,9749	0,9748
62	0,9747	0,9746	0,9745	0,9744	0,9743	0,9742	0,9741	0,9740	0,9739	0,9738
63	0,9737	0,9736	0,9735	0,9734	0,9733	0,9732	0,9731	0,9729	0,9728	0,9727
64	0,9726	0,9725	0,9724	0,9723	0,9722	0,9721	0,9720	0,9719	0,9718	0,9717
65	0,9716	0,9715	0,9714	0,9713	0,9712	0,9711	0,9710	0,9709	0,9708	0,9707
66	0,9706	0,9705	0,9703	0,9702	0,9701	0,9700	0,9699	0,9698	0,9697	0,9696
67	0,9695	0,9694	0,9693	0,9692	0,9691	0,9690	0,9689	0,9688	0,9687	0,9686
68	0,9685	0,9684	0,9683	0,9682	0,9681	0,9680	0,9679	0,9678	0,9677	0,9676
69	0,9675	0,9673	0,9672	0,9671	0,9670	0,9669	0,9668	0,9667	0,9666	0,9665
70	0,9664	0,9663	0,9662	0,9661	0,9660	0,9659	0,9658	0,9657	0,9656	0,9655
71	0,9654	0,9653	0,9652	0,9650	0,9649	0,9648	0,9647	0,9646	0,9645	0,9644
72	0,9643	0,9642	0,9641	0,9640	0,9639	0,9638	0,9637	0,9636	0,9635	0,9634
73	0,9633	0,9632	0,9631	0,9630	0,9629	0,9628	0,9627	0,9625	0,9624	0,9623
74	0,9622	0,9621	0,9620	0,9619	0,9618	0,9617	0,9616	0,9615	0,9614	0,9613
75	0,9612	0,9611	0,9610	0,9609	0,9608	0,9607	0,9606	0,9605	0,9604	0,9603
76	0,9602	0,9601	0,9599	0,9598	0,9597	0,9596	0,9595	0,9594	0,9593	0,9592
77	0,9591	0,9590	0,9589	0,9588	0,9587	0,9586	0,9585	0,9584	0,9583	0,9582
78	0,9581	0,9580	0,9579	0,9578	0,9577	0,9576	0,9575	0,9574	0,9572	0,9571
79	0,9570	0,9569	0,9568	0,9567	0,9566	0,9565	0,9564	0,9563	0,9562	0,9561
80	0,9560	0,9559	0,9558	0,9557	0,9556	0,9555	0,9554	0,9553	0,9552	0,9551
81	0,9550	0,9549	0,9548	0,9546	0,9545	0,9544	0,9543	0,9542	0,9541	0,9540
82	0,9539	0,9538	0,9537	0,9536	0,9535	0,9534	0,9533	0,9532	0,9531	0,9530
83	0,9529	0,9528	0,9527	0,9526	0,9525	0,9524	0,9523	0,9521	0,9520	0,9519
84	0,9518	0,9517	0,9516	0,9515	0,9514	0,9513	0,9512	0,9511	0,9510	0,9509

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Вычисление проводят до первого десятичного знака без последующего округления.

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 0,3 % абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 0,5 % абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 0,25 %.

5.2.5 Определение массовой доли сухого вещества рефрактометрическим методом II (для всех видов патоки)

Сущность метода заключается в определении показателя преломления патоки при постоянной температуре и вычислении массовой доли сухого вещества с помощью таблиц 4—9. Метод применим при массовой доле сухого вещества 30 % — 86 %.

5.2.5.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Рефрактометр с диапазоном измерения показателя преломления от 1,2 до 1,7 и пределом допускаемой основной погрешности ± 0,0001.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Термостат циркуляционный, обеспечивающий поддержание постоянной температуры с погрешностью ± 0,3 °С.

Стаканы стеклянные В-1-50 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Палочка пластиковая.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.2.5.2 Подготовка к проведению анализа

Перед проведением анализа необходимо отрегулировать циркуляцию воды, поступающую в призмы прибора от термостата, на заданную температуру (20,0 ± 0,3) °С или (45,0 ± 0,3) °С. Призма рефрактометра должна прогреться в течение 30—40 мин. Проверяют исправность рефрактометра по дистиллированной воде. Показатель преломления дистиллированной воды при 20 °С равен 1,3330, а при 45 °С — 1,3298.

Температура пробы анализируемой патоки должна быть близкой к заданной температуре проведения измерения.

5.2.5.3 Проведение анализа

С помощью пластиковой палочки наносят небольшое количество (2 — 4 капли) патоки на измерительную призму рефрактометра и немедленно закрывают осветительной подвижной призмой.

Проводят измерение показателя преломления согласно инструкции по эксплуатации рефрактометра.

Проводят два параллельных определения.

5.2.5.4 Обработка результатов

По показателю преломления определяют массовую долю сухого вещества, используя формулы 2—13 или таблицы 4 — 9.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Определение проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 0,2 % абс.

5.2.5.4.1 Пересчет показателя преломления в массовую долю сухого вещества для низкоосахаренной патоки проводят по формулам 2, 3 или по таблице 4

$$m_{с.в}\ 9692{,}21061\ (n_{45}) - 5733{,}54011\ (n_{45})^2 + 1165{,}08884\ (n_{45})^3 - 5487{,}53401; \quad (2)$$

$$m_{с.в} = 7099{,}17068\ (n_{20}) - 3981{,}82796\ (n_{20})^2 + 771{,}13673\ (n_{20})^3 - 4211{,}57674, \quad (3)$$

где $m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества, %;

n_{45} — показатель преломления при температуре 45 °С;

n_{20} — показатель преломления при температуре 20 °С.

Таблица 4

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при $t = 20$ °С	Показатель преломления при $t = 45$ °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при $t = 20$ °С	Показатель преломления при $t = 45$ °С
60,0	1,4468	1,4421	73,5	1,4806	1,4756
60,5	1,4480	1,4432	74,0	1,4819	1,4769
61,0	1,4492	1,4444	74,5	1,4833	1,4782
61,5	1,4504	1,4456	75,0	1,4846	1,4795
62,0	1,4516	1,4468	75,5	1,4859	1,4809
62,5	1,4528	1,4480	76,0	1,4873	1,4822
63,0	1,4540	1,4492	76,5	1,4886	1,4835
63,5	1,4553	1,4504	77,0	1,4900	1,4849
64,0	1,4565	1,4516	77,5	1,4913	1,4862
64,5	1,4577	1,4528	78,0	1,4927	1,4876
65,0	1,4589	1,4541	78,5	1,4940	1,4889
65,5	1,4602	1,4553	79,0	1,4954	1,4903
66,0	1,4614	1,4565	79,5	1,4968	1,4917
66,5	1,4627	1,4578	80,0	1,4982	1,4930
67,0	1,4639	1,4590	80,5	1,4996	1,4944
67,5	1,4652	1,4602	81,0	1,5010	1,4958
68,0	1,4664	1,4615	81,5	1,5024	1,4972
68,5	1,4677	1,4627	82,0	1,5038	1,4986
69,0	1,4690	1,4640	82,5	1,5052	1,5000
69,5	1,4702	1,4653	83,0	1,5066	1,5014
70,0	1,4715	1,4665	83,5	1,5080	1,5028
70,5	1,4728	1,4678	84,0	1,5094	1,5042
71,0	1,4741	1,4691	84,5	1,5109	1,5057
71,5	1,4754	1,4704	85,0	1,5123	1,5071
72,0	1,4767	1,4717	85,5	1,5138	1,5085
72,5	1,4780	1,4730	86,0	1,5152	1,5100
73,0	1,4793	1,4743	86,5	1,5167	1,5114

5.2.5.4.2 Пересчет показателя преломления в массовую долю сухого вещества для карамельной патоки проводят по формулам 4, 5 или по таблице 5

$$m_{с.в} = 12180{,}9807\ (n_{45}) - 7416,\ 66925\ (n_{45})^2 + 1544{,}80536\ (n_{45})^3 - 6714{,}68990; \quad (4)$$

$$m_{с.в} = 9664{,}13632\ (n_{20}) - 5715{,}00781\ (n_{20})^2 + 1161{,}84913\ (n_{20})^3 - 5477{,}53928, \quad (5)$$

где $m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества, %;

n_{45} — показатель преломления при температуре 45 °С;

n_{20} — показатель преломления при температуре 20 °С.

Таблица 5

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при $t = 20$ °С	Показатель преломления при $t = 45$ °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при $t = 20$ °С	Показатель преломления при $t = 45$ °С
60,0	1,4460	1,4412	64,0	1,4556	1,4507
60,5	1,4472	1,4424	64,5	1,4568	1,4519
61,0	1,4484	1,4436	65,0	1,4580	1,4531
61,5	1,4495	1,4448	65,5	1,4592	1,4543
62,0	1,4507	1,4459	66,0	1,4604	1,4556
62,5	1,4519	1,4471	66,5	1,4617	1,4568
63,0	1,4531	1,4483	67,0	1,4629	1,4580
63,5	1,4543	1,4495	67,5	1,4642	1,4592

Окончание таблицы 5

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С
68,0	1,4654	1,4605	77,5	1,4901	1,4850
68,5	1,4667	1,4617	78,0	1,4914	1,4863
69,0	1,4679	1,4630	78,5	1,4928	1,4877
69,5	1,4692	1,4642	79,0	1,4941	1,4890
70,0	1,4704	1,4655	79,5	1,4955	1,4904
70,5	1,4717	1,4668	80,0	1,4969	1,4917
71,0	1,4730	1,4680	80,5	1,4982	1,4931
71,5	1,4743	1,4693	81,0	1,4996	1,4945
72,0	1,4756	1,4706	81,5	1,5010	1,4958
72,5	1,4769	1,4719	82,0	1,5024	1,4972
73,0	1,4782	1,4731	82,5	1,5038	1,4986
73,5	1,4795	1,4744	83,0	1,5052	1,5000
74,0	1,4808	1,4757	83,5	1,5066	1,5014
74,5	1,4821	1,4770	84,0	1,5080	1,5028
75,0	1,4834	1,4783	84,5	1,5094	1,5042
75,5	1,4847	1,4797	85,0	1,5108	1,5056
76,0	1,4860	1,4809	85,5	1,5123	1,5070
76,5	1,4874	1,4823	86,0	1,5137	1,5085
77,0	1,4887	1,4836	86,5	1,5151	1,5099

5.2.5.4.3 Пересчет показателя преломления в массовую долю сухого вещества для мальтозной патоки проводят по формулам 6, 7 или по таблице 6

$$m_{с.в} = 13108{,}53952\ (n_{45}) - 8051{,}61253\ (n_{45})^2 + 1690{,}50732\ (n_{45})^3 - 7168{,}19292; \quad (6)$$

$$m_{с.в} = 11360{,}12303\ (n_{20}) - 6850{,}68539\ (n_{20})^2 + 1415{,}10978\ (n_{20})^3 - 6323{,}44468, \quad (7)$$

где $m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества, %;

n_{45} — показатель преломления при температуре 45 °С;

n_{20} — показатель преломления при температуре 20 °С.

Таблица 6

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С
60,0	1,4445	1,4398	68,0	1,4636	1,4587
60,5	1,4457	1,4409	68,5	1,4648	1,4599
61,0	1,4468	1,4421	69,0	1,4660	1,4611
61,5	1,4480	1,4432	69,5	1,4673	1,4623
62,0	1,4492	1,4444	70,0	1,4685	1,4636
62,5	1,4503	1,4455	70,5	1,4698	1,4648
63,0	1,4515	1,4467	71,0	1,4710	1,4661
63,5	1,4527	1,4479	71,5	1,4723	1,4673
64,0	1,4539	1,4491	72,0	1,4735	1,4686
64,5	1,4551	1,4503	72,5	1,4748	1,4698
65,0	1,4563	1,4514	73,0	1,4761	1,4711
65,5	1,4575	1,4526	73,5	1,4773	1,4723
66,0	1,4587	1,4538	74,0	1,4786	1,4736
66,5	1,4599	1,4550	74,5	1,4799	1,4749
67,0	1,4611	1,4562	75,0	1,4812	1,4762
67,5	1,4623	1,4574	75,5	1,4825	1,4775

Окончание таблицы 6

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С
76,0	1,4838	1,4788	81,5	1,4984	1,4933
76,5	1,4851	1,4800	82,0	1,4998	1,4946
77,0	1,4864	1,4813	82,5	1,5012	1,4960
77,5	1,4877	1,4827	83,0	1,5025	1,4974
78,0	1,4891	1,4840	83,5	1,5039	1,4987
78,5	1,4904	1,4853	84,0	1,5053	1,5001
79,0	1,4917	1,4866	84,5	1,5067	1,5015
79,5	1,4930	1,4879	85,0	1,5081	1,5029
80,0	1,4944	1,4893	85,5	1,5095	1,5043
80,5	1,4957	1,4906	86,0	1,5109	1,5057
81,0	1,4971	1,4919	86,5	1,5123	1,5071

5.2.5.4.4 Пересчет показателя преломления в массовую долю сухого вещества для высокомальтозной патоки (мальтозы более 65 %) проводят по формулам 8, 9 или по таблице 7

$$m_{с.в} = 13189{,}64439\ (n_{45}) - 8114{,}09605\ (n_{45})^2 + 1706{,}22472\ (n_{45})^3 - 7202{,}46162; \quad (8)$$

$$m_{с.в} = 12257{,}41031\ (n_{30}) - 7473{,}1246\ (n_{20})^2 + 1559{,}81816\ (n_{20})^3 - 6754{,}06477, \quad (9)$$

где $m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества, %;

n_{45} — показатель преломления при температуре 45 °С;

n_{20} — показатель преломления при температуре 20 °С.

Таблица 7

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С
60,0	1,4448	1,4400	72,0	1,4739	1,4689
60,5	1,4459	1,4412	72,5	1,4752	1,4702
61,0	1,4471	1,4423	73,0	1,4764	1,4714
61,5	1,4483	1,4435	73,5	1,4777	1,4727
62,0	1,4495	1,4447	74,0	1,4790	1,4740
62,5	1,4506	1,4458	74,5	1,4803	1,4753
63,0	1,4518	1,4470	75,0	1,4816	1,4766
63,5	1,4530	1,4482	75,5	1,4829	1,4778
64,0	1,4542	1,4494	76,0	1,4842	1,4791
64,5	1,4554	1,4505	76,5	1,4855	1,4804
65,0	1,4566	1,4517	77,0	1,4868	1,4818
65,5	1,4578	1,4529	77,5	1,4881	1,4831
66,0	1,4590	1,4541	78,0	1,4895	1,4844
66,5	1,4602	1,4553	78,5	1,4908	1,4857
67,0	1,4614	1,4565	79,0	1,4921	1,4870
67,5	1,4627	1,4578	79,5	1,4935	1,4884
68,0	1,4639	1,4590	80,0	1,4948	1,4897
68,5	1,4651	1,4602	80,5	1,4962	1,4910
69,0	1,4664	1,4614	81,0	1,4975	1,4924
69,5	1,4676	1,4627	81,5	1,4989	1,4937
70,0	1,4689	1,4639	82,0	1,5003	1,4951
70,5	1,4701	1,4651	82,5	1,5016	1,4965
71,0	1,4714	1,4664	83,0	1,5030	1,4978
71,5	1,4726	1,4676	83,5	1,5044	1,4992

Окончание таблицы 7

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С
84,0	1,5058	1,5006	85,5	1,5099	1,5047
84,5	1,5072	1,5020	86,0	1,5113	1,5061
85,0	1,5086	1,5034	86,5	1,5127	1,5075

5.2.5.4.5 Пересчет показателя преломления в массовую долю сухого вещества для высокоосахаренной патоки (массовая доля редуцирующих веществ 45 % — 80 %) проводят по формулам 10, 11 или по таблице 8

$$m_{с.в} = 12538{,}45113\ (n_{45}) - 7649{,}53943\ (n_{45})^2 + 1596{,}7363\ (n_{45})^3 - 6900{,}45865; \quad (10)$$

$$m_{с.в} = 12142{,}56976\ (n_{20}) - 7382{,}65666\ (n_{20})^2 + 1537{,}39284\ (n_{20})^3 - 6708{,}65609, \quad (11)$$

где $m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества, %;

n_{45} — показатель преломления при температуре 45 °С;

n_{20} — показатель преломления при температуре 20 °С.

Таблица 8

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С
60,0	1,4432	1,4385	73,5	1,4755	1,4706
60,5	1,4443	1,4397	74,0	1,4767	1,4719
61,0	1,4455	1,4408	74,5	1,4780	1,4731
61,5	1,4466	1,4419	75,0	1,4793	1,4744
62,0	1,4478	1,4431	75,5	1,4805	1,4757
62,5	1,4489	1,4442	76,0	1,4818	1,4769
63,0	1,4501	1,4454	76,5	1,4831	1,4782
63,5	1,4513	1,4466	77,0	1,4844	1,4795
64,0	1,4524	1,4477	77,5	1,4857	1,4808
64,5	1,4536	1,4489	78,0	1,4870	1,4821
65,0	1,4548	1,4500	78,5	1,4883	1,4834
65,5	1,4560	1,4512	79,0	1,4896	1,4847
66,0	1,4572	1,4524	79,5	1,4909	1,4860
66,5	1,4583	1,4536	80,0	1,4922	1,4873
67,0	1,4595	1,4548	80,5	1,4935	1,4886
67,5	1,4607	1,4560	81,0	1,4949	1,4899
68,0	1,4619	1,4572	81,5	1,4962	1,4913
68,5	1,4632	1,4584	82,0	1,4975	1,4926
69,0	1,4644	1,4596	82,5	1,4989	1,4939
69,5	1,4656	1,4608	83,0	1,5002	1,4953
70,0	1,4668	1,4620	83,5	1,5016	1,4966
70,5	1,4680	1,4632	84,0	1,5029	1,4980
71,0	1,4693	1,4644	84,5	1,5043	1,4993
71,5	1,4705	1,4657	85,0	1,5056	1,5007
72,0	1,4717	1,4669	85,5	1,5070	1,5020
72,5	1,4730	1,4681	86,0	1,5084	1,5034
73,0	1,4742	1,4694	86,5	1,5098	1,5048

5.2.5.4.6 Пересчет показателя преломления в массовую долю сухого вещества для высокоосахаренной патоки (массовая доля редуцирующих веществ более 80 %) проводят по формулам 12, 13 или по таблице 9

$$m_{с.в} = 13933{,}92493\ (n_{45}) - 8605{,}7152\ (n_{45})^2 + 1817{,}46278\ (n_{45})^3 - 7584{,}60894; \quad (12)$$

$$m_{с.в} = 13336{,}87823\ (n_{20}) - 8195{,}0924\ (n_{20})^2 + 1723{,}81974\ (n_{20})^3 - 7298{,}85215, \quad (13)$$

где $m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества, %;

n_{45} — показатель преломления при температуре 45 °С;

n_{20} — показатель преломления при температуре 20 °С.

Таблица 9

Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С	Массовая доля сухого вещества, %	Показатель преломления при t = 20 °С	Показатель преломления при t = 45 °С
60,0	1,4396	1,4350	73,0	1,4692	1,4644
60,5	1,4407	1,4361	73,5	1,4704	1,4656
61,0	1,4417	1,4372	74,0	1,4716	1,4668
61,5	1,4428	1,4383	74,5	1,4728	1,4680
62,0	1,4439	1,4393	75,0	1,4740	1,4692
62,5	1,4450	1,4404	75,5	1,4752	1,4704
63,0	1,4462	1,4415	76,0	1,4764	1,4716
63,5	1,4473	1,4427	76,5	1,4776	1,4728
64,0	1,4484	1,4438	77,0	1,4788	1,4740
64,5	1,4495	1,4449	77,5	1,4801	1,4753
65,0	1,4506	1,4460	78,0	1,4813	1,4765
65,5	1,4518	1,4471	78,5	1,4825	1,4777
66,0	1,4529	1,4482	79,0	1,4838	1,4789
66,5	1,4540	1,4494	79,5	1,4850	1,4802
67,0	1,4552	1,4505	80,0	1,4863	1,4814
67,5	1,4563	1,4516	80,5	1,4875	1,4827
68,0	1,4575	1,4528	81,0	1,4888	1,4839
68,5	1,4586	1,4539	81,5	1,4900	1,4852
69,0	1,4598	1,4551	82,0	1,4913	1,4864
69,5	1,4609	1,4562	82,5	1,4926	1,4877
70,0	1,4621	1,4574	83,0	1,4938	1,4888
70,5	1,4933	1,4585	83,5	1,4951	1,4901
71,0	1,4644	1,4597	84,0	1,4964	1,4914
71,5	1,4656	1,4609	84,5	1,4977	1,4927
72,0	1,4668	1,4621	85,0	1,4990	1,4939
72,5	1,4680	1,4632			

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 0,5 % абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 0,25 %.

5.2.6 Определение массовой доли сухого вещества с применением вакуум-высушивания (для всех видов патоки)

Определение — по ГОСТ Р 50545.

5.2.7 Определение массовой доли редуцирующих веществ. Поляриметрический метод (для карамельной кислотной патоки)

Сущность метода заключается в определении удельного вращения (поляризации основного раствора патоки) с последующим переводом значений показаний сахариметра в массовую долю редуцирующих веществ в пересчете на сухое вещество патоки.

5.2.7.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Сахариметр — поляриметр универсальный, диапазон измерения от минус 40 до 120 °S и пределом допускаемой основной погрешности ± 0,05 °S.

Стаканы стеклянные В-1-100 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.2.7.2 Подготовка к анализу

Готовят основной раствор патоки.

В стеклянном стакане взвешивают навеску патоки массой 50 г и количественно переносят горячей дистиллированной водой 50 °С — 60 °С в мерную колбу вместимостью 250 см^3. После охлаждения раствора до 20 °С объем его доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

5.2.7.3 Проведение анализа

Основной раствор патоки фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Фильтрат основного раствора поляризуют в трубке длиной 100 мм. Отсчет по шкале сахариметра в сахарных градусах (°S) для каждой из двух проб фильтрата проводят три раза и вычисляют среднеарифметическое значение показаний прибора для каждой пробы.

Проводят два параллельных определения.

5.2.7.4 Обработка результатов

Пересчет °S на сухое вещество патоки проводят по формуле

$$°S = \frac{{}^{\circ}S_0 100}{m_{с.в}}, \qquad (14)$$

где $^{\circ}S_0$ — среднеарифметическое значение по 5.2.7.3, °S;

$m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества патоки, %;

100 — пересчет на сухое вещество патоки, %.

Массовую долю редуцирующих веществ патоки $m_{р.в}$ в процентах в пересчете на сухое вещество находят по величине °S, используя данные таблицы 10.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Вычисление проводят до первого десятичного знака без последующего округления.

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 0,5 % абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 1 % абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 0,5 %.

Таблица 10 — Пересчет сахарных градусов в массовую долю редуцирующих веществ

Сахарные градусы в пересчете на сухое вещество патоки, °S	Десятые доли °S, сахарные градусы									
	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Массовая доля редуцирующих веществ									
67	60,47	60,37	60,27	60,17	60,07	59,97	59,87	59,77	59,67	59,56
68	59,46	59,36	59,25	59,15	59,05	58,95	58,84	58,74	58,64	58,53
69	58,43	58,33	58,22	58,12	58,02	57,92	57,82	57,72	57,62	57,52
70	57,42	57,32	57,21	57,11	57,01	56,91	56,80	56,70	56,60	56,49
71	56,39	56,29	56,18	56,08	55,98	55,87	55,77	55,67	55,58	55,46
72	55,36	55,25	55,15	55,05	54,95	54,84	54,74	54,63	54,54	54,43
73	54,33	54,22	54,12	54,02	53,91	53,81	53,72	53,61	53,50	53,40
74	53,30	53,19	53,09	52,99	52,88	52,78	52,68	52,58	52,47	52,37

Окончание таблицы 10

Сахарные градусы в пересчете на сухое вещество патоки, °S	Десятые доли °S, сахарные градусы									
	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Массовая доля редуцирующих веществ									
75	52,27	52,16	52,06	51,96	51,85	51,75	51,65	51,55	51,44	51,34
76	51,23	51,13	51,03	50,96	50,88	50,72	50,62	50,52	50,41	50,31
77	50,20	50,10	50,00	49,89	49,79	49,69	49,58	49,48	49,38	49,27
78	49,17	49,07	48,97	48,86	48,76	48,66	48,55	48,45	48,35	48,24
79	48,14	48,04	47,94	47,83	47,74	47,63	47,52	47,42	47,32	47,21
80	47,11	47,01	46,91	46,80	46,70	46,60	46,49	46,39	46,29	46,18
81	46,08	45,98	45,88	45,77	45,67	45,57	45,47	45,36	45,26	45,15
82	45,05	44,95	44,85	44,74	44,64	44,54	44,43	44,33	44,23	44,12
83	44,02	43,92	43,82	43,71	43,61	43,51	43,40	43,30	43,20	43,09
84	42,99	42,89	42,79	42,68	42,58	42,48	42,37	42,27	42,17	42,06
85	41,96	41,86	41,76	41,65	41,55	41,45	41,34	41,24	41,17	41,03
86	40,92	40,82	40,72	40,61	40,51	40,41	40,30	40,20	40,10	39,99
87	39,89	39,79	39,69	39,58	39,48	39,37	39,26	39,16	39,06	38,96
88	38,86	38,75	38,65	38,54	38,44	38,34	38,23	38,13	38,03	37,93
89	37,83	37,73	37,62	37,52	37,42	37,31	37,21	37,11	37,00	36,90
90	36,80	36,70	36,60	36,49	36,39	36,29	36,19	36,08	35,98	35,87
91	35,77	35,67	35,57	35,46	35,36	35,26	35,15	35,05	34,95	34,84
92	34,74	34,64	34,54	34,43	34,33	34,23	34,12	34,02	33,92	33,81
93	33,71	33,61	33,51	33,40	33,30	33,20	33,10	33,00	32,89	32,79
94	32,68	32,58	32,48	32,37	32,27	32,17	32,06	31,96	31,86	31,75
95	31,65	31,55	31,45	31,34	31,24	31,14	31,03	30,93	30,82	30,74
96	30,61	30,51	30,41	30,30	30,20	30,10	30,00	29,89	29,79	29,69
97	29,58	29,49	39,38	29,27	29,17	29,07	28,96	28,86	28,76	28,65
98	28,55	28,45	28,35	28,24	28,14	28,04	27,93	27,83	27,73	27,62
99	27,52	27,42	27,32	27,21	27,11	27,00	26,90	26,80	26,70	26,59
100	26,49	26,38	26,28	26,17	26,07	25,97	25,86	25,76	25,66	25,55

5.2.8 Определение массовой доли редуцирующих веществ методом Лейна-Эйнона (для всех видов патоки)

Сущность метода заключается в сравнении восстанавливающей способности раствора патоки с восстанавливающей способностью глюкозы по смеси растворов Фелинга в присутствии индикатора метиленового синего.

5.2.8.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер механический или электронный.

Мешалки лабораторные или мешалки магнитные.

Стаканы стеклянные В-1-50, В-1-100 и В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы плоскодонные П-2-100-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Щипцы металлические для зажима колбы.

Колбы мерные 1-500-2 по ГОСТ 1770.

Воронки стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Пипетка 2-2-25 по ГОСТ 29169 или пипетка автоматическая вместимостью 25 $см^3$.

Бюретка 1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Цилиндры мерные 1(3)-100-2 и 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

D-глюкоза х.ч. по ГОСТ 6038 или глюкоза кристаллическая гидратная по ГОСТ 975 перекристаллизованная.

Метиленовый синий, 1 %-ный водный раствор.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Титратор автоматический с редоксиметрическим или пульс-амперометрическим электродом, имеющий диапазон измерения ± 2000 мВ и предел допускаемой основной абсолютной погрешности не более ± 0,2 мВ.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2.8.2 Приготовление растворов

Раствор Фелинга I

В стеклянном стакане взвешивают навеску перекристаллизованной сернокислой меди массой 34,64 г, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ тщательно перемешивают и при температуре раствора 20 °С доводят его объем дистиллированной водой до метки. Раствор Фелинга I хранят в стеклянном флаконе не более 6 мес.

Раствор Фелинга II

В стеклянном стакане взвешивают навеску виннокислого калия-натрия массой 173 г и растворяют в дистиллированной воде. Также взвешивают навеску гидроокиси натрия массой 50 г и отдельно растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Оба раствора количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, тщательно перемешивают и при температуре раствора 20 °С доводят его объем дистиллированной водой до метки. Раствор Фелинга II хранят в полимерном флаконе не более 3 мес.

Смесь растворов Фелинга I и Фелинга II

Растворы Фелинга I и II соединяют в соотношении 1:1 и тщательно перемешивают. Смесь растворов Фелинга хранят в полимерном флаконе при комнатной температуре не более одной недели.

Стандартный раствор глюкозы

В стеклянном стакане взвешивают навеску химически чистой абсолютно сухой глюкозы массой 5,000 г, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, тщательно перемешивают и при температуре раствора 20 °С доводят его объем дистиллированной водой до метки. Раствор хранят при комнатной температуре не более двух суток или в замороженном состоянии не более одного года.

5.2.8.3 Подготовка к проведению анализа

Определение фактора растворов Фелинга

Фактором растворов Фелинга называют число, соответствующее объему в кубических сантиметрах стандартного раствора глюкозы, затраченному на титрование 25 $см^3$ смеси растворов Фелинга.

Предварительное титрование

В плоскодонную колбу вместимостью 100 $см^3$ пипеткой вносят 25 $см^3$ смеси растворов Фелинга, перемешивают на магнитной мешалке или вручную, вносят несколько капель раствора индикатора метиленового синего. Затем раствор доводят до кипения на электрической плитке или на пламени газовой горелки, кипятят 2 мин, вносят несколько капель раствора индикатора метиленового синего и из бюретки титруют, при непрерывном перемешивании, стандартным раствором глюкозы до перехода окраски индикатора из синей в бесцветную. Отмечают объем, пошедший на титрование.

Окончательное титрование

В плоскодонную колбу вместимостью 100 $см^3$ пипеткой вносят 25 $см^3$ смеси растворов Фелинга, перемешивают на магнитной мешалке или вручную. Смесь доводят до кипения на электрической плитке или на пламени газовой горелки, кипятят 2 мин и из бюретки вносят стандартный раствор глюкозы в таком количестве, чтобы для окончательного дотитровывания оставалось 0,5 $см^3$ (по результатам предварительного титрования). Содержимое колбы снова нагревают до кипения при постоянном перемешивании путем вращательного движения колбы. Раствор кипятят 2 мин, затем быстро добавляют 2—4 капли раствора метиленовой сини, а из бюретки, установленной над колбой, быстро дотитровывают по каплям до перехода окраски индикатора из синей в бесцветную. Отмечают объем, пошедший на титрование.

Титрование должно быть быстрым, чтобы кипение раствора в колбе составляло около 3 мин.

При использовании для анализа автоматических титраторов титрование проводят в соответствии с инструкциями по работе с титратором и электродной системой.

Титрование проводят три раза. Вычисляют среднеарифметическое значение объема, пошедшего на титрование. Это число является фактором растворов Фелинга.

Фактор растворов Фелинга необходимо определять для каждой партии свежеприготовленного раствора.

5.2.8.4. Проведение анализа

В стеклянном стакане взвешивают навеску патоки массой в зависимости от массовой доли редуцирующих веществ $m_{р.в}$:

$m_{р.в}$, %	Масса навески, г
28—35	18—19
36—40	13—15
40—45	12—13
45—60	9—10
60—80	7—9
80 и более	5—7

Навеску патоки растворяют в небольшом количестве горячей (50 °С — 60 °С) дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. При температуре раствора патоки 20 °С доводят его объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

В плоскодонную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой приливают 25 см^3 смеси растворов Фелинга I и II, а в бюретку с боковым краном наливают приготовленный раствор анализируемой патоки, используемый для титрования.

Титрование проводят как при определении фактора растворов Фелинга по 5.2.8.3.

Проводят два параллельных определения.

5.2.8.5 Обработка результатов

Массовую долю редуцирующих веществ $m_{р.в}$, %, в пересчете на сухое вещество патоки вычисляют по формуле

$$m_{р.в} = \frac{Фm_{гл}100 \cdot 500}{500m_н m_{с.в} V} \cdot 100 = \frac{Фm_{гл}100}{m_н m_{с.в} V} \cdot 100 , \qquad (15)$$

где $Ф$ — фактор растворов Фелинга, см^3;

$m_{гл}$ — масса навески кристаллической глюкозы, г;

500 — объем раствора кристаллической глюкозы, см^3;

$m_н$ — масса навески патоки, взятой для анализа, г;

500 — объем раствора анализируемой патоки, см^3;

$m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества патоки, %;

V — объем раствора анализируемой патоки, затраченный на титрование, см^3;

100 — пересчет на сухое вещество патоки, %.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Вычисление проводят до первого десятичного знака с последующим округлением до целого числа.

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 0,5 % абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 1 % абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 0,5 %.

5.2.9 Метод определения массовой доли общей золы

Сущность метода заключается в определении несгораемого остатка патоки при сжигании навески в муфельной печи при температуре 600 °С — 650 °С.

5.2.9.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Печь муфельная с диапазоном рабочих температур 400 °С — 900 °С, позволяющая поддерживать заданную температуру (600 °С — 650 °С) с допускаемой погрешностью ± 2 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Тигли высокие: фарфоровые № 3 или № 4 по ГОСТ 9147 или кварцевые вместимостью 80 или 100 $см^3$ по ГОСТ 19908.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Масло растительное: кукурузное по ГОСТ 8808 или подсолнечное по ГОСТ 1129, или другие виды пищевого растительного масла.

Водорода пероксид (пергидроль) по ГОСТ 10929 или дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2.9.2 Проведение анализа

В предварительно прокаленном до постоянной массы тигле взвешивают навеску патоки массой около 10 г и обугливают ее путем нагревания тигля с патокой на электрической плитке.

Во избежание вспучивания на поверхность навески наносят несколько капель растительного масла.

После обугливания на плитке тигель помещают в муфельную печь, нагретую до 600 °С — 650 °С, и прокаливают до полного озоления навески.

После озоления навески тигель с золой охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Затем тигель с золой повторно прокаливают в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и вновь взвешивают. Если в золе заметны темные крапины, значит озоление прошло не полностью. Для ускорения озоления допускается смачивать золу несколькими каплями дистиллированной воды или пероксида водорода. Прокаливание повторяют до тех пор, пока масса тигля с золой не станет постоянной или результат последнего взвешивания не начнет изменяться в сторону увеличения. Для вычисления берут последний убывающий результат взвешивания.

Проводят два параллельных определения.

5.2.9.3 Обработка результатов

Массовую долю золы m_3, %, в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$m_3 = \frac{(m_2 - m)100}{(m_1 - m)m_{с.в}} \cdot 100, \qquad (16)$$

где m — масса тигля, г;

m_1 — масса тигля с навеской патоки, г;

m_2 — масса тигля с золой, г;

$m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества патоки, %;

100 — пересчет на сухое вещество патоки, %.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

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

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 0,03 % абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 0,06 % абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 0,03 %.

5.2.10 Метод определения водородного показателя, pH

Сущность метода заключается в измерении активности ионов водорода (pH).

5.2.10.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

pH-метр лабораторный с термокомпенсатором, имеющий предел допускаемой основной погрешности, ± 0,05 pH.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы стеклянные В(Н)-1(2)-100 ТС и ТХС по ГОСТ 25336 или стаканы пластиковые химические по НД.

Цилиндры мерные 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная или шпатель пластиковый.

Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.2.10.2 Подготовка к проведению анализа

Проводят калибровку pH-метра по буферным растворам согласно инструкции по эксплуатации прибора.

5.2.10.3 Проведение анализа

Перед каждым проведением анализа электроды тщательно промывают дистиллированной водой и удаляют с них капли воды фильтровальной бумагой.

В стеклянный или пластиковый химический стакан при помощи стеклянной палочки или пластикового шпателя помещают навеску патоки (50,0 ± 0,2) г. Приливают (50,0 ± 0,2) г горячей 40 °С — 60 °С дистиллированной воды и тщательно перемешивают до полного растворения патоки.

Раствор патоки охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, опускают в него электроды pH-метра и проводят измерение pH в соответствии с инструкцией к прибору. Показания прибора снимают до второго десятичного знака.

Проводят два параллельных определения.

Анализируемый раствор используют в дальнейшем для определения массовой доли диоксида серы по 5.2.12.

5.2.10.4 Обработка результатов анализа

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

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

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 0,05 pH абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 0,10 pH абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 0,05 pH.

5.2.11 Метод определения кислотности

Сущность метода заключается в нейтрализации кислот и кислых солей, содержащихся в 100 г сухого вещества патоки, раствором гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) в присутствии фенолфталеина или до pH = 8,8.

5.2.11.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы стеклянные В-1-150 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1(2)-250-2 по ГОСТ 1770.

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

Пипетки 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Колбы конические Кн-2-250-34 ТС и ТХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Фенолфталеин по НД, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652 или спирт этиловый питьевой 95 %-ный по ГОСТ Р 51723.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2.11.2 Проведение анализа

В стеклянный стакан взвешивают навеску патоки массой 50 г, затем цилиндром приливают 100 см^3 горячей 40 °С — 60 °С дистиллированной воды и стеклянной палочкой размешивают навеску патоки до полного растворения.

Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 20 см^3 и при температуре раствора 20 °С доводят его объем водой до метки.

Допускается использовать основной раствор патоки по 5.2.7.2.

Пипеткой переносят 100 см^3 раствора в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 3 — 5 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Допускается применение автоматических титраторов с электродной системой потенциометрического титрования. В этом случае титрование проводят в соответствии с инструкцией по работе с титратором до pH = 8,8.

Проводят два параллельных определения.

5.2.11.3 Обработка результатов

Кислотность $X_К$, см^3, раствора гидроокиси натрия на 100 г сухого вещества патоки вычисляют по формуле

$$X_К = \frac{V K 250 \cdot 100 \cdot 100}{m_Н m_{с.в} 100} = \frac{V K 25000 \cdot 100}{m_Н m_{с.в} 100}, \quad (17)$$

где V — объем 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) раствора гидроокиси натрия, затраченный на титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент титр раствора гидроокиси натрия;

250 — вместимость мерной колбы, в которой приготавливается раствор патоки, см^3;

$m_Н$ — масса навески патоки, взятая для приготовления анализируемого раствора, г;

100 — объем раствора патоки, взятый для титрования, см^3;

$m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества патоки, %;

100 — пересчет на 100 г сухого вещества патоки, г;

100 — пересчет на сухое вещество патоки, %.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

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

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 0,5 см^3 абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 1,0 см^3 абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 0,5 см^3.

5.2.12 Метод определения содержания диоксида серы

Сущность метода заключается в окислении сернистой кислоты раствором йода при титровании раствора патоки в присутствии крахмального индикатора. Метод применим при содержании диоксида серы более 20 мг/кг.

5.2.12.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Криостат жидкостный, обеспечивающий охлаждение до 1 °С — 10 °С.

Часы с секундной стрелкой.

Цилиндры мерные 1(3)-50(100)-2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1(2)-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 2-2-10, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Колбы конические Кн-2-250 ТС и ТХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч.д.а.

Йод кристаллический по ГОСТ 4159.

Стандарт-титры (фиксаналы) йод 0,1 н.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, 1 н. раствор.

Кислота серная по ГОСТ 2184 х.ч., водный раствор 1:3.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей крахмала 1%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

5.2.12.2 Подготовка к проведению анализа

Готовят 0,02 н. раствор йода пятикратным разбавлением дистиллированной водой 0,1 н. раствора йода, приготовленного из фиксанала или по ГОСТ 25794.2. Раствор йода 0,02 н. хранят при комнатной температуре в емкости из темного стекла не более двух суток.

5.2.12.3 Проведение анализа

Раствор патоки (1:1), приготовленный по 5.2.10.3, после определения pH переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и охлаждают до 2 °С — 10 °С и титруют 0,02 н. раствором йода до появления соломенной окраски. Затем в раствор добавляют 25 $см^3$ 1 н. раствора КОН и 10 $см^3$ раствора серной кислоты (1:3), смесь тщательно перемешивают. После добавления нескольких капель крахмального индикатора (растворимый крахмал) продолжают титрование 0,02 н. раствором йода до появления голубой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Проводят два параллельных определения.

5.2.12.4 Обработка результатов

Содержание диоксида серы X_{SO_2}, мг на один килограмм патоки, вычисляют по формуле

$$X_{SO_2} = \frac{V K 0{,}64}{m_н} \cdot 1000, \qquad (18)$$

где V — объем 0,02 н. раствора йода, затраченный на титрование, $см^3$;

K — поправочный коэффициент титра для 0,02 н. раствора йода;

0,64 — масса SO_2, соответствующая 1 $см^3$ 0,02 н. раствора йода, $мг/см^3$;

1000 — пересчет массы навески патоки в килограмм;

$m_н$ — масса навески патоки, взятая для приготовления анализируемого раствора, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Вычисление проводят до первого десятичного знака с последующим округлением до целого числа.

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 3 мг/кг абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 6 мг/кг абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 3 мг/кг.

5.2.13 Методы определения температуры карамельной пробы

Сущность метода заключается в нагревании патоки до температуры карамельной пробы с последующей визуальной оценкой процесса карамелизации и качества леденца.

5.2.13.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 200 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Тазик медный или сковородка (диаметр 12 см, высота 3 см).

Плитка керамическая или мраморная или лист белой жести.

Часы с секундной стрелкой.

Сахар-песок по ГОСТ 21.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.2.13.2 Проведение анализа

5.2.13.2.1 Определение температуры карамельной пробы карамельной патоки

В медный тазик или сковородку наливают около 100 $см^3$ (140 — 150 г) патоки и нагревают на электроплитке так, чтобы время варки составляло 20 — 25 мин. В начале патока кипит спокойно, но по мере выкипания мелкие пузырьки сменяются более крупными. Когда начинают появляться большие пузыри патоку перемешивают термометром и наблюдают, не появляются ли желтые

прожилки или пятна. Если это имеет место, то отмечают температуру и считают, что патока выдержала карамельную пробу только до этой температуры.

Если темные прожилки или пятна не появляются, то продолжают нагревание ее до температуры карамельной пробы, установленной для данного вида патоки. Затем содержимое тазика выливают на мраморную или керамическую плитку или на лист белой жести и после охлаждения определяют качество леденца.

Окраска леденца может несколько отличаться от окраски исходной патоки. Леденец должен быть прозрачным без темных прожилок и пятен.

5.2.13.2.2 Определение температуры карамельной пробы низкоосахаренной патоки

В медный тазик или сковородку насыпают 100 г сахарного песка, приливают 25 $см^3$ воды и нагревают на электроплитке до полного растворения сахара, а затем добавляют 50 г патоки. Смесь перемешивают термометром для получения однородной массы и продолжают нагревать до 150 °С. Массу перемешивают и наблюдают за появлением темных прожилок и пятен.

При достижении температуры 155 °С массу выливают на мраморную или керамическую плитку или лист белой жести.

Окраска полученного леденца может несколько отличаться от исходной окраски патоки.

Леденец должен быть прозрачным, без темных прожилок и пятен.

5.2.14 Методы определения содержания токсичных элементов — по ГОСТ 26927, ГОСТ 26930, ГОСТ 26932, ГОСТ 26933 или по ГОСТ 30178; пестицидов, радионуклидов — по НД, утвержденным органами Госсанэпиднадзора Минздрава России.

5.2.15 Методы определения микробиологических показателей — по ГОСТ 26670, ГОСТ 10444.12, ГОСТ 10444.15, ГОСТ 30518, ГОСТ 30519.

6 Транспортирование и хранение

6.1 Патоку перевозят по правилам перевозки грузов, действующим на данном виде транспорта.

6.2 Патоку перевозят при температуре не выше 55 °С.

6.3 Бочки с патокой при перевозке и хранении располагают пробкой вверх.

6.4 Патоку, залитую в бочки и фляги, хранят в закрытом складском помещении или под навесом, предохраняющим ее от воздействия солнечных лучей.

6.5 Срок хранения патоки — один год со дня изготовления при соблюдении потребителем условий транспортирования и хранения, установленных настоящим стандартом.

6.5.1 Срок хранения патоки с пониженным содержанием сухих веществ устанавливает изготовитель по согласованию с потребителем.

6.5.2 При хранении патоки с массовой долей редуцирующих веществ менее 38 % допускается ее побеление вследствие выпадения декстринов.

6.5.3 При хранении патоки с массовой долей РВ более 65 % возможно выпадение кристаллов.

6.6 Рекомендуемые условия хранения патоки в стационарных емкостях.

6.6.1 Материалы для емкостей: нержавеющая сталь, углеродистая сталь с полимерным или эмалевым покрытием, полимерные материалы, разрешенные органами Госсанэпиднадзора Минздрава России для контакта с пищевыми продуктами.

6.6.2 Температура хранения патоки не выше 30 °С.

6.6.3 Верхнюю часть емкости оснащают продувкой фильтрованным воздухом.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Пищевая и энергетическая ценность 100 г патоки

Пищевую и энергетическую ценность патоки вычисляют по формулам:
пищевую ценность (углеводы) П, г на 100 г патоки

$$П = m_{с.в} - m_3, \quad (А.1)$$

где $m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества в 100 г патоки, г;
m_3 — массовая доля золы в пересчете на сухое вещество в 100 г патоки, г;
энергетическую ценность Э, ккал на 100 г патоки

$$Э = П4, \quad (А.2)$$

где П — пищевая ценность на 100 г патоки, г;
4 — калорийность 1 г углеводов, ккал.

Пример расчета для карамельной патоки при 78 % $m_{с.в}$ с содержанием m_3 0,4 % в пересчете на сухое вещество

$$П = 78 - 0,4 = 77,6 \text{ г/100 г};$$
$$Э = 77,6 \cdot 4 = 310,4 \text{ ккал/100 г}.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Определение цвета патоки фотометрическим методом I

Б.1 Сущность метода заключается в измерении оптической плотности фильтрованного раствора патоки относительно дистиллированной воды с последующим пересчетом в единицы цветности ICUMSA.

Б.2 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Колориметр фотоэлектрический или спектрофотометр с пределом допускаемого значения основной абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания не более 1 %.

Кюветы фотометрические с длиной оптического пути 4 см при использовании спектрофотометра или 5 см при использовании колориметра.

Термостат циркуляционный, обеспечивающий поддержание постоянной температуры с погрешностью ± 0,3 °С.

Ареометр общего назначения АОН-3 по ГОСТ 18481.

Цилиндры мерные 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные В-1-400 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные.

Фильтр мембранный диаметром пор 0,47 мкм по НД.

Б.3 Подготовка к проведению анализа

Б.3.1 Перед измерением проводят установку прибора на «нуль» по дистиллированной воде, предварительно профильтрованной через мембранный или стеклянный фильтр.

Б.3.2 Подготовка пробы

Для анализа готовят 50 %-ный раствор патоки в пересчете на сухое вещество. Если на следующем этапе анализа фильтрование затруднено, допускается готовить раствор патоки меньшей концентрации. Для этого определяют массовую долю сухого вещества в патоке по 5.2.4 или 5.2.5.

Для приготовления раствора массу навески патоки m, г, вычисляют по формуле

$$m = \frac{m_{\text{с.в.о}}}{m_{\text{с.в}}} \cdot 200, \qquad \text{(Б.1)}$$

где $m_{\text{с.в}}$ — массовая доля сухого вещества патоки, %;

$m_{\text{с.в.о}}$ — ожидаемая массовая доля сухого вещества в растворе патоки, %;

200 — масса раствора патоки, г.

В предварительно взвешенный стакан вместимостью 400 см^3 взвешивают навеску патоки, наливают теплую (50 °С — 60 °С) дистиллированную воду до 200 г и растворяют навеску патоки путем перемешивания стеклянной палочкой.

Раствор патоки охлаждают до температуры (20 ± 1) °С, поместив стакан в термостат или на водяную баню определяют плотность раствора патоки ареометром и фильтруют через мембранный фильтр диаметром пор 0,47 мкм.

Фотометрический прибор готовят к работе согласно инструкции по эксплуатации.

Б.4 Проведение анализа

Кювету с дистиллированной водой помещают в световой поток прибора и устанавливают 0,000 ± 0,001 по шкале оптической плотности при длине волны 420 нм. Дистиллированная вода должна быть той же партии, что и для приготовления раствора патоки.

Кювету с раствором патоки помещают в световой поток прибора и измеряют оптическую плотность при длине волны 420 нм.

Проводят два параллельных определения.

Б.5 Обработка результатов

Цвет патоки *Ц* в единицах ICUMSA вычисляют по формуле

$$\text{Ц} = \frac{D_{420} 100 \cdot 1000}{m_{\text{с.в}}\, p\, l}, \qquad \text{(Б.2)}$$

где D_{420} — значение оптической плотности раствора патоки;

$m_{\text{с.в}}$ — массовая доля сухого вещества в растворе патоки, %;

p — плотность раствора патоки, измеренная ареометром при температуре 20 °С, г/см^3.

l — длина оптического пути кюветы, см;

100 — пересчет на сухое вещество патоки, %;

1000 — коэффициент пересчета в ед. ICUMSA.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Вычисление проводят до первого десятичного знака с последующим округлением до целого числа.

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 1 ед. ICUMSA абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 2 ед. ICUMSA абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ±1 ед. ICUMSA.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Определение цвета патоки фотометрическим методом II

В.1 Сущность метода заключается в определении светопропускающей способности фильтрованного раствора патоки относительно дистиллированной воды.

В.2 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Колориметр фотоэлектрический или спектрофотометр с пределом допускаемого значения основной абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания не более 1 %.

Кюветы фотометрические с длиной оптического пути 4 см при использовании спектрофотометра или 5 см при использовании колориметра.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы стеклянные В-1-150, В-1-250 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

В.3 Подготовка к проведению анализа

Перед выполнением измерений необходимо настроить фотоэлектрический колориметр или спектрофотометр согласно инструкции по эксплуатации. При использовании колориметра устанавливают фильтр с максимумом пропускания 400 нм. При использовании спектрофотометра устанавливают длину волны 390 нм.

В.3.1 Подготовка пробы

При использовании спектрофотометра

В стеклянный стакан вместимостью 250 $см^3$ взвешивают 50 г анализируемой патоки и 50 г горячей дистиллированной воды температурой 40 °С — 50 °С. Тщательно перемешивают до полного растворения патоки. Раствор охлаждают до комнатной температуры.

При использовании колориметра

В стеклянном стакане вместимостью 250 $см^3$ взвешивают 50 г анализируемой патоки и 35 г дистиллированной воды температурой 40 °С — 50 °С и тщательно перемешивают до полного растворения патоки.

Раствор охлаждают до комнатной температуры.

В.4 Проведение анализа

Кювету сравнения спектрофотометра или колориметра заполняют дистиллированной водой и устанавливают значение коэффициента пропускания 100 %.

Измерительную кювету прибора заполняют раствором патоки и проводят измерение коэффициента пропускания согласно инструкции по эксплуатации прибора.

Дистиллированная вода в кювете сравнения должна быть той же партии, что и для приготовления раствора патоки.

На внутренней поверхности кювет не должно быть пузырьков воздуха.

Проводят два параллельных определения.

В.5 Обработка результатов

За значение цвета патоки принимают измеренный коэффициент светопропускания раствора патоки.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Вычисление проводят до первого десятичного знака с последующим округлением до целого числа.

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 1 % абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 3 % абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ±1 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(обязательное)

Определение цвета и мутности патоки фотометрическим методом III. Метод ЕВС (Европейской ассоциации пивоваров)

Г.1 Сущность метода заключается в измерении значения оптической плотности фильтрованного и нефильтрованного растворов патоки относительно дистиллированной воды с последующим пересчетом в значение цвета и мутности.

Г.2 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Фотометр или спектрофотометр с пределом допускаемого значения основной абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания не более 0,5 % и с пределом допускаемой абсолютной погрешности установки длины волны не более 3 нм.

Кюветы фотометрические длиной оптического пути 5 см.

Термостат жидкостный, обеспечивающий поддержание температуры (25 ± 2) °С.

Фильтры мембранные диаметром пор 0,45 мкм.

Колбы мерные 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы стеклянные В-1-150, В-1-250 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-1-250-34 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки стеклянные мерные 1-1-2-1, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227.

Гидразин сернокислый, ч.д.а, по ГОСТ 5841.

Гексаметилентетрамин (уротропин) марки С, высший сорт по ГОСТ 1381 или фармакопейный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, профильтрованная через мембранный фильтр.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

Г.3 Подготовка к проведению анализа

Перед выполнением измерений необходимо настроить фотометр или спектрофотометр согласно инструкции по эксплуатации.

Г.3.1 Градуировка фотометра или спектрофотометра

Г.3.1.1 Приготовление суспензии формазина 1000 ЕВС

В стеклянные стаканы взвешивают 1,000 г сернокислого гидразина и 10,000 г гексаметилентетрамина. Навески растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$. При температуре растворов 20 °С доводят их объем дистиллированной водой до метки. Приготовленные растворы должны быть выдержаны при комнатной температуре не менее 4 ч.

Растворы гексаметилентетрамина и сернокислого гидразина смешивают в соотношении 1:1 в конической колбе и выдерживают не менее 24 ч в термостате при температуре (25 ± 2) °С.

Срок хранения суспензии формазина не более 6 мес при комнатной температуре.

Г.3.1.2 Приготовление суспензии формазина 100 ЕВС

Суспензию формазина, приготовленную по Г.3.1.1, разбавляют в 10 раз. Для этого пипеткой переносят 10 $см^3$ суспензии 1000 ЕВС в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой при температуре суспензии 20 °С и тщательно перемешивают. Срок хранения суспензии не более 14 дней при комнатной температуре.

Г.3.1.3 Приготовление градуировочных суспензий формазина

Градуировочные суспензии формазина 100 ЕВС готовят соответствующим разбавлением суспензии. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ пипеткой переносят 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,8; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 10,0 $см^3$ суспензии 100 ЕВС, доводят дистиллированной водой до метки при температуре суспензии 20 °С и тщательно перемешивают. Полученные суспензии имеют значение мутности 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,8; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 10,0 ЕВС соответственно. Их используют для градуировки фотометра или спектрофотометра. Срок хранения растворов — не более 1 сут при комнатной температуре.

Г.3.1.4 Проведение градуировки фотометра или спектрофотометра

Проводят измерение оптической плотности растворов 0,1 — 10,0 ЕВС при длине волны 560 нм по отношению к фильтрованной дистиллированной воде.

Строят график зависимости значений оптической плотности от значений мутности.

Допускается обработка результатов анализа методом линейной регрессии с использованием соответствующего компьютерного программного обеспечения (например Microcal Origin 5.0). В этом случае получают градуировочное уравнение

$$M = b + c \cdot D_{560}, \qquad (Г.1)$$

где M — мутность в единицах ЕВС;

D_{560} — оптическая плотность, измеренная для суспензии формазина при длине волны 560 нм;

b и c — градуировочные коэффициенты.

Полученный градуировочный график или градуировочное уравнение используют для определения мутности.

Г.3.2 Подготовка пробы

В стеклянном стакане вместимостью 250 см^3 взвешивают 20 г патоки и 180 г горячей 40 °С — 50 °С дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения патоки, раствор охлаждают до комнатной температуры. Этот раствор используют для определения мутности.

100 см^3 приготовленного раствора патоки фильтруют через мембранный фильтр. Этот раствор используют для определения цвета.

Г.4 Проведение анализа

Устанавливают на фотометре или спектрофотометре светофильтры длиной волны 560 нм. Кювету сравнения прибора заполняют дистиллированной водой и устанавливают значение 0,000 оптической плотности.

Измерительную кювету прибора заполняют нефильтрованным раствором патоки и проводят измерение оптической плотности согласно инструкции по эксплуатации прибора.

Проводят два параллельных измерения.

Устанавливают на фотометре или спектрофотометре длину волны 430 нм. Кювету сравнения прибора заполняют дистиллированной водой и устанавливают значение 0,000 оптической плотности.

Измерительную кювету прибора заполняют фильтрованным раствором патоки и проводят измерение оптической плотности согласно инструкции по эксплуатации прибора.

Проводят два параллельных определения.

Г.5 Обработка результатов

Значение цвета $Ц_1$ в единицах ЕВС вычисляют по формуле

$$Ц_1 = 50\ D_{430}, \qquad (Г.2)$$

где D_{430} — оптическая плотность, измеренная для фильтрованного раствора патоки при длине волны 430 нм;

50 — коэффициент, учитывающий разбавление патоки и длину оптического пути кюветы.

По градуировочному графику или уравнению вычисляют значение мутности в единицах ЕВС, соответствующее измеренному значению оптической плотности для нефильтрованного раствора при длине волны 560 нм.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

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

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) при определении цвета и мутности не должна превышать 0,10 ЕВС абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях) при определении цвета и мутности не должна превышать 0,20 ЕВС абс.

Допускаемая абсолютная погрешность ± 0,10 ЕВС.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д
(обязательное)

Определение массовой доли отдельных сахаров (углеводного состава) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Д.1 Сущность метода заключается в лигандообменном или гельпроникающем хроматографическом разделении сахаров патоки с рефрактометрическим детектированием.

Метод предназначен для определения углеводного состава патоки. Метод не применим для смесей сахаров, содержащих совместно сахарозу и мальтозу.

Д.2 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Хроматограф жидкостный с пределом основной допускаемой погрешности (по площади пиков) не более 10 %, состоящий из:

- изократического двухплунжерного насоса, обеспечивающего расход элюента 0,2 — 3,0 $см^3$/мин и максимальное давление не менее 110 атм.;
- колонки хроматографической для лигандообменной или гельпроникающей высокоэффективной жидкостной хроматографии. Например «Chrompack Carbohydrates Ca» (сополимер стирол-дивинилбензол с привитым кальцием);
- термостата колонки, поддерживающего постоянную температуру колонки в пределах 80 °С с погрешностью не более ± 0,5 °С;
- рефрактометрического детектора с встроенным или внешним термостатом измерительной ячейки;
- инжектора петлевого типа «Reodyne» с дозирующей петлей 20 мкл или автосэмплера;
- дегазатора элюента в потоке и предколонки для деминерализации пробы в потоке;
- интегратора или компьютерной системы обработки хроматографических данных.

Вода бидистиллированная. Используется в качестве элюента.

Глюкоза, фруктоза, мальтоза, мальтотриоза аналитической степени чистоты. Например реактивы производства фирмы «SIGMA» (каталожные номера М-9171, М-8378, G-7528, F-2543).

Фильтры мембранные типа «Sartorius» или «Millipore» диаметром отверстий 0,22 — 0,45 мкм.

Установка для фильтрования или медицинский шприц с насадкой для фильтрования через мембранные фильтры.

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 или 1000 г по ГОСТ 24104.

Термометр жидкостный стеклянный, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные 1-50-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные В1-150, В1-200 ТС или ТХС по ГОСТ 25336.

Пробирки пластиковые.

Палочки стеклянные или пластиковые.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

Д.3 Подготовка к проведению анализа

Д.3.1 Подготовка пробы анализируемого образца патоки

Для анализа готовят 1 %-ный раствор патоки в пересчете на сухое вещество. Для этого определяют массовую долю сухого вещества патоки по 5.2.4 или 5.2.5 и вычисляют массу навески m_1, г, необходимую для приготовления 1 % раствора по формуле

$$m_1 = \frac{100 \cdot 1}{m_{с.в}}, \qquad (Д.1)$$

где $m_{с.в}$ — массовая доля сухого вещества патоки, %;

100 — пересчет на сухое вещество патоки, %;

1 — массовая доля сухого вещества в 100 г 1 %-ного раствора, г.

Стакан с палочкой помещают на весы и устанавливают нуль, вносят массу навески патоки и приливают теплую бидистиллированную воду до 100 г. Палочкой тщательно перемешивают раствор до полного растворения патоки. Приготовленный раствор фильтруют через мембранный фильтр в сухую чистую пробирку или в виалу автосэмплера.

Подготовленную пробу анализируют в течение 1—2 ч после приготовления.

Подготовленная проба может храниться в течение 3 мес в замороженном виде.

Д.3.2 Приготовление стандартных растворов для определения времени удержания сахаров

Стандартные 1 %-ные растворы сахаров (фруктозы, глюкозы, мальтозы и мальтотриозы), а также их смеси готовят на бидистиллированной воде. В стеклянный стакан помещают навеску сахара, взятую с учетом содержания основного компонента реактива, приливают 10 — 15 $см^3$ воды, растворяют и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят его объем водой до метки при температуре раствора 20 °С. Приготовленные растворы фильтруют через мембранные фильтры в пластиковые пробирки. Пробирки закрывают крышками и замораживают в холодильнике. В замороженном состоянии растворы сахаров хранят до одного года. Перед началом работы растворы размораживают, используя для этого теплую воду или микроволновую печь в режиме размораживания.

Д.3.3 Определение времени удержания сахаров и оценка эффективности разделения

Включают хроматограф и настраивают его согласно инструкции по эксплуатации. Скорость потока элюента, температуру термостата колонки устанавливают в соответствии с рекомендациями, приведенными в паспорте на хроматографическую колонку. Температура термостата детектора 50 °С.

Для идентификации пиков сахаров необходимо определить время удержания сахаров. Для этого поочередно анализируют стандартные растворы сахаров и их смесь.

Рекомендуется для определения времени удержания, вычисления площадей пиков и расчетов применять интеграторы или компьютерные системы обработки хроматографических данных.

Относительное время T_x, с, удержания каждого сахара (x) вычисляют по формуле

$$T_x = \frac{t_x}{t_{гл}}, \qquad (Д.2)$$

где t_x — абсолютное время удержания каждого сахара, с;

$t_{гл}$ — абсолютное время удержания глюкозы, с.

Эффективность хроматографической колонки по глюкозе, теоретические тарелки a вычисляют по формуле

$$a = 5{,}54 \left(\frac{t_{гл}}{W_{50}}\right)^2, \qquad (Д.3)$$

где $t_{гл}$ — абсолютное время удержания глюкозы, с;

W_{50} — ширина пика на уровне 50 % высоты, с;

5,54 — коэффициент.

Эффективность хроматографической колонки по глюкозе должна быть не менее 2000 теоретических тарелок.

Для колонок «Chrompack Carbohydrates Ca» 300×6,5 мм относительное время удержания сахаров по глюкозе приведены в таблице Д.1.

Таблица Д.1

Сахара x	Относительное время удержания T_x
Фруктоза	1,197—1,212
Глюкоза	1,000
Мальтоза	0,796—0,812
Триозы	0,699—0,712

Д.4 Проведение анализа

Аликвоту пробы патоки, подготовленную по Д.2.1, вводят в хроматограф при помощи ручного инжектора или автосэмплера. Объем аликвоты 20 мкл. Регистрацию сигнала детектора проводят при помощи самописца, интегратора или компьютерной системы обработки хроматографических данных (например Multi-Chrom; HP ChemStation и т.п.).

Проводят два параллельных определения.

Д.5 Обработка результатов

Д.5.1 После получения хроматограммы проводят обработку данных методом внутренней нормализации по формуле

$$m_x = \frac{S_x}{\sum_{i=1}^{n} S_i} \cdot 100, \qquad (Д.4)$$

где m_x — массовая доля сахара x в пробе, %;

S_x — площадь пика сахара x;

$\sum_{i=1}^{n} S_i$ — сумма площадей всех пиков сахаров.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

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

Сходимость результатов определений (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений) не должна превышать 0,5 % абс.

Воспроизводимость результатов анализа (допустимые расхождения между результатами анализов, выполненных в разных лабораториях, не должна превышать 1,5 % абс.

Допускаемая абсолютная погрешность анализа ± 0,75 %.

Д.6 Расчетный метод определения массовой доли редуцирующих веществ по данным углеводного состава

Метод применим при массовой доле редуцирующих веществ 26 % — 90 %. Результаты определения углеводного состава патоки позволяют вычислить массовую долю редуцирующих веществ патоки $m_{р.в}$, %, в пересчете на сухое вещество по формуле

$$m_{р.в} = 1{,}000\ m_{гл} + 1{,}000\ m_{фр.} + 0{,}580\ m_{мал} + 0{,}395\ m_{тр} + 0{,}180\ m_{в.с}, \qquad (Д.5)$$

где $m_{гл} + m_{фр} + m_{мал} + m_{тр}$ — массовые доли сахаров: глюкозы, фруктозы, мальтозы, триозы в пересчете на сухое вещество, %;

0,180 — усредненное значение коэффициента для высших сахаров ($K_{в.с}$);

$m_{в.с}$ — массовая доля высших сахаров в пересчете на сухое вещество, %.

Расхождения массовой доли редуцирующих веществ, определенных методом Лейна-Эйнона (5.2.8) и расчетным методом, должны быть не более 1 %.

Если расхождения превышают 1 %, то необходимо провести корректировку коэффициента для высших сахаров.

Д.6.1 Проведение корректировки коэффициента для высших сахаров

Коэффициент для высших сахаров $K_{в.с}$ зависит от вида ферментов, применяемых для производства патоки, поэтому для разных видов патоки этот коэффициент будет немного отличаться.

Для проведения корректировки отбирают 10 проб патоки одного вида и проводят определение массовой доли редуцирующих веществ по 5.2.8 (метод Лейна-Эйнона). Вычисляют коэффициент $K_{в.с}$ для высших сахаров каждой пробы по формуле

$$K_{в.с} = \frac{m_{р.вЛЭ} - m_{гл} - m_{фр} - 0{,}580 m_{мал} - 0{,}395 m_{тр}}{m_{в.с}}, \qquad (Д.6)$$

где $m_{р.вЛЭ}$ — результат определения массовой доли редуцирующих веществ методом Лейна-Эйнона (5.2.8), %.

Вычисляют среднеарифметическое значение коэффициента $K_{в.с}$.

Полученное значение $K_{в.с}$ используется в формуле (Д.5) для вычисления массовой доли редуцирующих веществ патоки этого вида.

УДК 664.162.74:006.354 ОКС 67.180.20 Н43 ОКП 91 8810

Ключевые слова: патока крахмальная, классификация, общие технические требования, маркировка, упаковка, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 24.06.2003. Подписано в печать 11.08.2003. Усл. печ. л. 4,18.
Уч.-изд. л. 4,00. Тираж 390 экз. С 11569. Зак. 684.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru