ГОСТ 490—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА МОЛОЧНАЯ ПИЩЕВАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.733.2:006.354 Группа Н91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА МОЛОЧНАЯ ПИЩЕВАЯ

Технические условия

ГОСТ 490—79

Lactic acid for use in foodstuffs.
Specifications

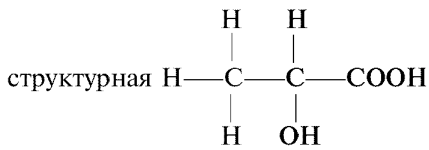
ОКП 91 9944

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт распространяется на пищевую молочную кислоту, получаемую сбраживанием углеводсодержащего сырья молочнокислыми бактериями рода Lactobacillus и представляющую собой водный раствор смеси молочной кислоты и лактилмолочных кислот.

Формулы: эмпирическая $C_3H_6O_3$

структурная



Относительная молекулярная масса — 90,08.

Требования безопасности продукции изложены в разд. 1а

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Молочная кислота должна вырабатываться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Для получения молочной кислоты из сахаросодержащего сырья должны применяться следующие сырье и материалы:

патока рафинадная;

меласса свекловичная;

сахар-сырец;

сахар-песок по ГОСТ 21;

ростки солодовые;

кислота серная техническая контактная улучшенная или олеум улучшенный высшего сорта по ГОСТ 2184;

мел природный молотый 1 сорта марки ММ1 или мел химически осажденный по ГОСТ 8253;

уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453, марки ОУ-А, или уголь активный древесный марки МД;

натр едкий технический по ГОСТ 2263;

известь хлорная по ГОСТ 1692;

известь;

натрий сернистый технический по ГОСТ 596 или барий сернистый;

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2002

калий железистосинеродистый технический (желтое синькали) по ГОСТ 6816 или кальций железистосинеродистый технический;

барий углекислый технический по ГОСТ 2149.

Для получения молочной кислоты из лактозосодержащего сырья должны применяться следующие сырье и материалы:

сыворотка молочная;

натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172;

уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453 марки ОУ-А, ОУ-В;

мел природный комовый и молотый марки А;

кислота соляная по ГОСТ 857;

гидроокись натрия по ГОСТ 2263;

смола катионовая КУ-2—8 по ГОСТ 20298;

вода питьевая по ГОСТ 2874*.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1.3. Молочная кислота должна выпускаться 40 %-ной концентрации и в зависимости от показателей качества следующих сортов: высшего, первого и второго.

1.4. По органолептическим показателям пищевая молочная кислота всех сортов должна соответствовать требованиям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид	Прозрачная жидкость без мути и осадка
Запах	Слабый, специфический для молочной кислоты. Не должно быть неприятного запаха, обусловленного присутствием примесей летучих кислот
Вкус	Кислый, без постороннего привкуса

1.5. По химическим показателям пищевая молочная кислота должна соответствовать нормам, указанным в табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма для сортов			Метод испытания
	высшего	первого	второго	
Массовая доля общей молочной кислоты, %	40,0±1,0	40,0±1,0	40,0±1,0	По п. 3.3
Массовая доля прямо титруемой молочной кислоты, %, не менее	37,5	37,5	35,0	По п. 3.3
Массовая доля ангидридов, %, не более	2,5	2,5	5,0	По п. 3.3
Цветность, градусы, не более	6,5	10	30	По п. 3.4
Массовая доля золы, %, не более	0,6	1,0	4,0	По п. 3.5
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,007	0,014	0,020	По п. 3.6
Соли тяжелых металлов	Должны выдерживать испытание			По ГОСТ 26930—ГОСТ 26935

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

Продолжение табл. 2

Наименование показателя	Норма для сортов			Метод испытания
	высшего	первого	второго	
Ферроцианиды	Должны выдерживать испытание			По п. 3.9
Цианистоводородная кислота	То же			По п. 3.10
Свободная серная кислота	»			По п. 3.11
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,3	Не нормируется		По п. 3.12
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,1	То же		По п. 3.13
Барий	Не допускается	»		По п. 3.14
Массовая доля редуцирующих веществ, %, не более	1,0	»		По п. 3.15, 3.16

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1а. Требования безопасности

1а.1. При производстве молочной кислоты должны соблюдаться требования безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.3.002.

1а.2. При работе с молочной кислотой необходимо пользоваться средствами индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и соблюдать правила личной гигиены.

1а.3. Молочная кислота нетоксична, пожаро-, взрыво- и радиационно-безопасна.

1а.4. Содержание токсичных элементов в молочной кислоте не должно превышать допустимые уровни, указанные в табл. 2а.

Таблица 2а

Наименование токсичного элемента	Допустимый уровень, мг/кг, не более	Метод испытания
Свинец	5,0	По ГОСТ 26932
Кадмий	0,5	По ГОСТ 26933
Мышьяк	1,0	По ГОСТ 26930
Ртуть	0,1	По ГОСТ 26927

1а. — 1а.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Молочную кислоту принимают партиями. За партию принимают любое количество молочной кислоты одного сорта, концентрации и даты выработки, оформленное одним документом о качестве.

2.2. Каждая партия молочной кислоты, должна сопровождаться документом, удостоверяющим ее качество, с указанием следующих основных данных:

наименования предприятия-изготовителя и товарного знака;

наименования продукции с указанием вида сырья, сорта и концентрации;

массы нетто и брутто;

номера партии и количества мест в партии;

даты выработки;

результатов испытаний;

обозначения настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проверке соответствия упаковки, маркировки требованиям настоящего стандарта подвергают каждую бутыль, бочку или цистерну.

2.4. Для проверки качества молочной кислоты отбирают от партии автомобильную цистерну или 10 % бутылей и бочек, но не менее трех.

2.5. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному показателю проводят повторные испытания на удвоенной выборке от той же партии.

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

2.6. Контроль за содержанием токсичных элементов в молочной кислоте осуществляют в соответствии с порядком, установленным производителем продукции по согласованию с органами Госсанэпиднадзора.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. **Отбор проб**

3.1.1. Точечные пробы молочной кислоты отбирают из бутылей и бочек после тщательного взбалтывания, из автомобильных цистерн отбирают равными порциями из верхнего, нижнего и среднего слоев. Масса точечной пробы не должна быть менее 100 $см^3$.

Точечные пробы помещают в чистую стеклянную бутылку и тщательно перемешивают. Получают объединенную пробу, объем которой не должен быть менее 1 $дм^3$.

3.1.2. Объединенную пробу разливают поровну в две чистые сухие бутылки. Пробу в одной бутылке опечатывают и наклеивают этикетку с указанием:

наименования предприятия-изготовителя;
наименования продукта, вида сырья;
сорта и концентрации;
даты изготовления;
номера партии;
обозначения настоящего стандарта;
массы нетто;
даты отбора пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.3. Пробу во второй бутылке передают на анализ.

3.2. **Методы органолептической оценки**

3.2.1. Определение прозрачности

Пробу испытуемой молочной кислоты перед определением прозрачности взбалтывают.

20 $см^3$ молочной кислоты высшего и первого сортов отбирают в пробирку из бесцветного стекла диаметром 20 мм, перемешивают и оставляют на 1 ч.

При рассмотрении в проходящем свете по диаметру пробирки жидкость должна быть совершенно прозрачной и не содержать осадка.

Кислоту второго сорта подвергают испытанию после предварительного разведения водой в отношении 1 : 1.

3.2.2. Определение запаха

Химический стакан вместимостью 100—200 $см^3$ наполняют наполовину кислотой с температурой 20 °С и проводят определение.

3.2.3. Определение вкуса

Определение проводят в растворе молочной кислоты, который получают разбавлением 1 $см^3$ испытуемой кислоты дистиллированной водой, взятой в количестве $(X—1)$ $см^3$, где X — общая кислотность в процентах.

3.3. **Определение общей молочной кислоты, прямо титруемой молочной кислоты и ангидридов**

Сущность метода заключается в нейтрализации молочной кислоты раствором гидроокиси натрия, омылении ангидридов щелочью при нагревании и нейтрализации избытка щелочи раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина.

3.3.1. *Аппаратура, реактивы*

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 250 $см^3$.

Стакан химический по ГОСТ 25336, тип Н, исполнение 1, вместимостью 250 $см^3$.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 250 $см^3$.

Цилиндр измерительный по ГОСТ 1770, вместимостью 100 $см^3$.

Бюретка по НТД, вместимостью 25 см³.

Холодильник по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104*, 3-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность измерения массы 10 мг.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Капельница по ГОСТ 25336.

Трубка хлоркальциевая по ГОСТ 25336.

Пипетка без делений по НТД, вместимостью 25 см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор концентрацией c ($\frac{1}{2}H_2SO_4$) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор концентрацией c (NaOH) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Фенолфталеин (индикатор) [1], спиртовой раствор концентрации 10 г/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3.2. Проведение испытания

20 г молочной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают, 25 см³ полученного раствора, содержащего 2 г исходной кислоты, пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ со шлифом, прибавляют 70—80 см³ дистиллированной воды и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина до слабо-розового окрашивания.

К нейтрализованному раствору молочной кислоты добавляют раствор гидроокиси натрия до 20 см³, кипятят с обратным холодильником в течение 5 мин, охлаждают, закрыв трубкой, наполненной натронной известью, и содержимое колбы титруют раствором серной кислоты до обесцвечивания.

Параллельно проводят холостое определение. В колбу вместимостью 250 см³ берут 10 см³ раствора гидроокиси натрия, прибавляют 90 см³ дистиллированной воды, кипятят с обратным холодильником 5 мин, охлаждают и титруют раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина до обесцвечивания.

3.3.3. Обработка результатов

Массовую долю прямо титруемой кислоты (C) в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{V_1 \cdot K \cdot 0{,}09 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot 20} = 4{,}5\ V_1 \cdot K,$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование молочной кислоты, см³;

K — поправочный коэффициент гидрата окиси натрия;

0,09 — количество молочной кислоты, соответствующее 1 см³ раствора гидроокиси натрия, г.

Массовую долю общей молочной кислоты (C_1) в процентах вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{(20 - nV_2) \cdot K \cdot 0{,}09 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot 20} = 4{,}5(20 - nV_2) \cdot K,$$

где n — коэффициент, учитывающий количество раствора гидроокиси натрия, пошедшее на титрование раствора серной кислоты при нагревании; определяют делением 10 см³ гидроокиси натрия, взятого на холостое определение, на количество раствора серной кислоты, пошедшее на титрование;

V_2 — объем раствора серной кислоты, пошедший на титрование избытка гидроокиси натрия, см³.

Массовую долю ангидридов (A) вычисляют по формуле

$$A = C_1 - C - 0{,}9\ PB,$$

где 0,9 — коэффициент пересчета редуцирующих веществ на ангидриды;

PB — массовая доля редуцирующих веществ в молочной кислоте, определенная по п. 3.15, %.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Допускаемое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,25 %.

Абсолютная погрешность определения массовой доли прямо титруемой молочной кислоты с вероятностью 0,95 не превышает 0,45 %.

Абсолютная погрешность определения массовой доли общей молочной кислоты с вероятностью 0,95 не превышает 0,8 %.

Абсолютная погрешность определения массовой доли ангидридов с вероятностью 0,95 не превышает 0,9 %.

---

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

3.3.2; 3.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. **Определение цветности**

Цветность молочной кислоты определяют колориметрическим методом или визуально.

3.4.1. Определение цветности колориметрическим методом

Сущность метода заключается в определении оптической плотности молочной кислоты и сравнении ее с оптической плотностью стандартного раствора. Цветность выражается в условных градусах. Молочная кислота цветностью по йоду 1 : 100 (1 см^3 раствор йода концентрацией $c(\frac{1}{2}J_2)$ = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) в 100 м^3 воды) соответствует 10 градусам цветности и имеет оптическую плотность, равную оптической плотности стандартного раствора, разбавленного в 2 раза.

3.4.1.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 0,2 мг.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М или другой аналогичный прибор.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см^3.

Пипетки по нормативной документации по стандартизации вместимостью 2 и 10 см^3.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462, х. ч.

Уранил азотнокислый.

Метиловый фиолетовый раствор концентрацией 0,01 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стандартный раствор, содержащий 16,4200 г азотнокислого уранила, 2,6300 г сернокислого кобальта и 11,2 см^3 раствора концентрацией 0,01 г/дм^3, метилового фиолетового в 100 см^3, дистиллированной воды и соответствующий 20 градусам цветности.

3.4.1.2. *Проведение испытания*

На фотоэлектроколориметре при длине волны λ = 400 нм (светофильтр № 3) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм измеряют оптическую плотность разбавленного от 1 до 19 условных градусов стандартного раствора (табл. 3), помещая в кювету сравнения дистиллированную воду. По оптической плотности строят калибровочную кривую или составляют таблицу зависимости оптической плотности стандартного раствора от его цветности в условных градусах.

Испытуемый раствор молочной кислоты фотоколориметрируют аналогично стандартному раствору и по оптической плотности, соответствующей оптической плотности стандартного раствора, определяют цветность молочной кислоты в условных градусах.

При оптической плотности молочной кислоты более 1,3—1,4 ее разбавляют в 2—3 раза дистиллированной водой, определяют оптическую плотность, по таблице или графику находят соответствующие градусы цветности и пересчитывают их на исходную кислоту.

Таблица 3

Разбавление стандартного раствора

Стандартный раствор, см^3	Дистиллированная вода, см^3	Условные градусы цветности	Соотношение йода и воды
5,0	9,5	1	1 : 1000
1,0	9,0	2	1 : 500
1,5	8,5	3	1 : 375
2,0	8,0	4	1 : 250
2,5	7,5	5	1 : 200
3,0	7,0	6	1 : 167
3,5	6,5	7	1 : 143
4,0	6,0	8	1 : 125
4,5	5,5	9	1 : 110
5,0	5,0	10	1 : 100
5,5	4,5	11	1 : 90
6,0	4,0	12	1 : 82
6,5	3,5	13	1 : 77
7,0	3,0	14	1 : 71
7,5	2,5	15	1 : 67
8,0	2,0	16	1 : 62
8,5	1,5	17	1 : 59
9,0	1,0	18	1 : 55
9,5	0,5	19	1 : 52
10,0	—	20	1 : 50

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,1 условного градуса.

Абсолютная погрешность измерения не превышает 0,1° усл.

3.4.1—3.4.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4.2. Визуальное определение цветности

Сущность метода заключается в сравнении окраски молочной кислоты с окраской 1 см³ раствора йода концентрацией $c\left(\frac{1}{2}J_2\right) = 0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.) в дистиллированной воде. Цветность выражается соотношением йода и воды.

3.4.2.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см³.

Пипетка по нормативной документации по стандартизации, вместимостью 1 см³.

Бюретка по нормативной документации по стандартизации, вместимостью 100 см³.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а., раствор концентрацией $c\left(\frac{1}{2}J_2\right) = 0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2.2. *Проведение испытания*

Цветность определяют в колориметре, представляющем собой двухкамерный компаратор, имеющий вместо стенки матовое стекло, а в передней стенке — два узких прореза, через которые наблюдают за изменением окраски жидкости в поставленных рядом колориметрических станках. Они должны быть из тонкого бесцветного стекла одинакового диаметра, вместимостью не менее 120 см³.

В один стакан наливают такое количество молочной кислоты, чтобы уровень ее был выше прореза колориметра на 1—2 см, в другой пипеткой наливают 1 см³ раствора йода и из бюретки при перемешивании приливают дистиллированную воду до тех пор, пока окраска жидкостей в обеих половинах компаратора не станет одинаковой.

Цветность выражается отношением $1 : X$,

где X — количество дистиллированной воды, добавленное к 1 см³ раствора йода для выравнивания окраски, см³.

По соотношению йода и воды определяют цветность молочной кислоты в градусах.

Погрешность визуального определения цветности не превышает 0,5° усл.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. **Определение золы**

Сущность метода заключается в определении несгораемого остатка молочной кислоты при сжигании ее в муфельной печи при темно-красном калении.

3.5.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 0,2 мг.

Печь муфельная.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147, вместимостью 50 см³.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Баня песочная.

Щипцы тигельные.

Картон асбестовый или асбестовая сетка.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.2. Проведение испытания

2—5 г молочной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в предварительно прокаленном и взвешенном фарфоровом тигле, упаривают почти досуха на песочной бане, озоляют и прокаливают. Тигель с золой охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.5.3. Обработка результатов

Массовую долю золы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — навеска кислоты, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с золой, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,03 %.

Абсолютная погрешность метода с вероятностью 0,95 не превышает 0,01 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. **Определение железа**

Железо (III) в молочной кислоте определяют колориметрическим методом или визуально.

Сущность метода заключается в образовании железороданидного комплекса кроваво-красного цвета при взаимодействии железа (III) с роданид-ионом в кислой среде, имеющего спектр поглощения с максимумом при длине волны $\lambda = 480$ нм.

3.6.1. Определение железа колориметрическим методом

3.6.1.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 0,2 мг.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147, вместимостью 50 см^3.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 10 мг.

Баня песочная.

Печь муфельная.

Щипцы тигельные.

Картон асбестовый или асбестовая сетка.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Плитки электрические по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Пипетка по НТД, вместимостью 1, 2 и 5 см^3.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 50 см^3.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М или другой аналогичный прибор.

Квасцы железоаммонийные (железо (III) — аммоний сернокислый) по нормативной документации по стандартизации, х. ч.

Стандартный раствор железа, приготовленного по ГОСТ 4212, 1 см^3 которого содержит 1 мг железа (III) (8,635 г свежеперекристаллизованных железоаммонийных квасцов растворяют в дистиллированной воде, добавляют 10 см^3 концентрированной серной кислоты и доводят объем до 1000 см^3).

Свежеприготовленный рабочий раствор железа, содержащий 0,02 мг железа (III) в 1 см^3 (2 см^3 стандартного раствора железа разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3).

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч., раствор концентрацией c (NH_4CNS) = 4 моль/дм^3 (4 н.).

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1,19 и разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461, х. ч. и раствор концентрацией 250 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.1.2. *Проведение испытания*

1—3 г молочной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, упаривают почти досуха на песочной бане, озоляют и прокаливают до постоянной массы.

К золе добавляют 3 см^3 концентрированной соляной и 1 см^3 концентрированной азотной кислот. Смесь кипятят до полного растворения осадка.

Раствор золы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 2 см^3 роданистого аммония и доводят дистиллированной водой до метки. Полученный раствор колориметрируют на ФЭК-56 М в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при длине волны $\lambda = 480$ нм (светофильтр № 5).

Железо определяют по калибровочной кривой. Для построения последней готовят серию стандартных окрашенных растворов, концентрация железа (III) в которых охватывает область возможных изменений концентрации его в исследуемой молочной кислоте. В колбы вместимостью 50 см^3 наливают 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20, 30 см^3 свежеприготовленного рабочего стандартного раствора, что соответствует содержанию в них 0,02; 0,06; 0,10; 0,14; 0,20; 0,30; 0,40; 0,60 мг железа. В полученные растворы добавляют все реактивы в вышеуказанном количестве и объем доводят до

метки дистиллированной водой. Затем измеряют оптические плотности полученных стандартных растворов и строят график зависимости оптической плотности раствора от концентрации железа (III) $D = f(C)$.

Определив оптическую плотность исследуемого раствора, находят ее значение на оси ординат и с помощью калибровочной кривой на оси абсцисс — соответствующее значение железа в пробе.

3.6.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю железа (III) (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{C_1}{10 \cdot m},$$

где C_1 — содержание железа (III) в пробе, мг;

m — навеска молочной кислоты, г.

Железо (III) можно определять в навеске молочной кислоты массой 2 г, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, без озоления, аналогично описанному в п. 3.6, со следующими особенностями.

К 2 г молочной кислоты прибавляют 3 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 1 см^3 раствора азотной кислоты, 2 см^3 раствора роданистого аммония и объем доводят до метки в колбе вместимостью 50 см^3.

Калибровочную кривую строят на свежеприготовленных рабочих растворах железа с добавлением 2 г молочной кислоты, не содержащей железа (III), взвешенной с погрешностью не более 0,01 г.

При определении оптической плотности окрашенного раствора молочной кислоты в кювету сравнения вместо воды помещают раствор испытуемой кислоты, содержащий 2 г ее в 50 см^3 дистиллированной воды.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,0005 %.

Систематическая абсолютная погрешность колориметрического метода определения массовой доли железа с вероятностью 0,95 не превышает 0,0003 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.2. Визуальное определение железа

3.6.2.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 10 мг.

Стакан химический по ГОСТ 25336, тип Н, исполнение 1, вместимостью 50 см^3.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см^3.

Пипетки по НТД, вместимостью 1 и 5 см^3.

Цилиндр измерительный с носиком по ГОСТ 1770, вместимостью 25 см^3.

Пробирки по ГОСТ 25336 типов П1 или П2.

Стандартный раствор железа, приготовленного по ГОСТ 4212, 1 см^3 которого содержит 1 мг железа (III).

Свежеприготовленный рабочий раствор железа, содержащий 0,02 мг железа (III) в 1 см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1,19 разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор концентрацией 250 г/дм^3.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч., раствор концентрацией c (NH_4CNS) = 4 моль/дм^3 (4 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.2.2. *Проведение испытания*

10 г молочной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

5 см^3 разбавленной молочной кислоты вносят в пробирку, прибавляют 1 см^3 соляной кислоты, 0,5 см^3 азотной кислоты, 1 см^3 роданистого аммония и объем доводят до 20 см^3, прибавив 12,5 см^3 дистиллированной воды. Цветность полученного раствора сравнивают с серией стандартных растворов, приготовленных следующим образом. В ряд пробирок наливают разное количество (от 2 до 6 см^3) свежеприготовленного разбавленного стандартного раствора железа, добавляют все реактивы, как в пробирку с испытуемой кислотой.

Содержание железа в пробе, соответствующее количеству его в разбавленном стандартном растворе, приведено в табл. 4.

Таблица 4

Количество разбавленного стандартного раствора, см³	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	5,0	6,0
Содержание железа (III), мг	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,1	0,12

3.6.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю железа (III), (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C_2 \cdot 100 \cdot 100}{5 \cdot 10 \cdot 1000} = \frac{C_2}{5},$$

где C_2 — содержание железа в пробе разбавленной молочной кислоты, мг.

Абсолютная погрешность определения массовой доли железа визуальным методом с вероятностью 0,95 не превышает 0,004 %.

3.7. Количественное определение мышьяка по ГОСТ 26930 проводят после обнаружения его по качественной реакции.

3.6.2.3; 3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.8. Определение солей тяжелых металлов — по ГОСТ 26927, ГОСТ 26930—ГОСТ 26935.

3.9. Проба на ферроцианиды

Сущность метода заключается в определении окраски берлинской лазури при осаждении ферроцианидов раствором хлорного железа.

3.9.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Железо хлорное по ГОСТ 4147, х. ч., раствор концентрацией 100 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1,19.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Пипетка по НТД, вместимостью 5 см³.

Пробирки по ГОСТ 25336, типов П1 или П2.

3.9.2. Проведение испытания

К 5 см³ молочной кислоты прибавляют 3 капли раствора хлорного железа и 2 капли концентрированной соляной кислоты. При этом раствор не должен окрашиваться в зеленовато-синий цвет.

Порог обнаружения 1,5 мкг, предельное разбавление $1 : 4 \cdot 10^5$.

3.9.1; 3.9.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.10. **Проба на цианистоводородную кислоту**

Сущность метода заключается в определении окраски, образующейся при взаимодействии цианистоводородной кислоты с сернокислой закисью железа в слабокислой среде.

3.10.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Колба плоскодонная по ГОСТ 23932, вместимостью 250 см³.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336.

Колба коническая по ГОСТ 23932, вместимостью 100 см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор концентрацией 100 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор концентрацией 100 г/дм³.

Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148, х.ч., раствор концентрацией 100 г/дм³.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, х. ч., раствор концентрацией 50 г/дм³.

3.10.2. Проведение испытания

50 см³ молочной кислоты помещают в перегонную колбу, вместимостью 250 см³, соединяют с холодильником и отгоняют около 10 см³ жидкости. К отгону прибавляют раствор гидроокиси натрия до сильнощелочной реакции и 2—3 капли раствора сернокислого закисного железа, взбалтывают, нагревают до температуры 80—90 °С и после охлаждения подкисляют 10 %-ным раствором соляной кислоты до слабокислой реакции. При этом не должно появляться зеленого или сине-зеленого окрашивания. Добавление одной капли раствора хлорного железа не должно вызывать синего окрашивания.

3.10.1; 3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.11. **Проба на свободную серную кислоту**

Сущность метода заключается в различной растворимости серной кислоты и ее солей в этиловом спирте, осаждении серной кислотой ионов кальция и визуальном определении труднорастворимого сульфата кальция.

3.11.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор концентрацией 50 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Пипетки по НТД, вместимостью 5 и 10 см^3.

Пробирки по ГОСТ 25336, типов П1 или П2.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498.

Воронка стеклянная по ГОСТ 23932.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Баня водяная.

Палочка стеклянная.

3.11.2. Проведение испытания

К 3 см^3 молочной кислоты в пробирке прибавляют 10 см^3 этилового спирта, выдерживают в водяной бане с температурой 50—60 °С в течение 30 мин, фильтруют через трехслойный фильтр и к фильтрату добавляют несколько капель раствора серной кислоты. В фильтрате должно появиться помутнение или осадок сульфата кальция, свидетельствующие об отсутствии свободной серной кислоты.

3.11.1; 3.11.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.12. **Определение сульфатов**

Сущность метода заключается в осаждении сульфат-ионов раствором хлористого бария в присутствии нитхромазо.

3.12.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 10 мг.

Стакан химический по ГОСТ 25336, тип Н, исполнение 1, вместимостью 50 см^3.

Колба коническая по ГОСТ 23932, вместимостью 100 см^3.

Бюретка по НТД, вместимостью 25 см^3.

Капельница по ГОСТ 23932.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор концентрацией c ($BaCl_2$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Нитхромазо, ч. д. а., водный раствор концентрацией 2 г/дм^3.

3.12.2. Проведение испытания

2—5 г молочной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, переносят небольшим количеством воды в коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 1—2 капли раствора нитхромазо и титруют раствором хлористого бария.

Нитхромазо может в начале титрования образовывать прочный комплекс с ионами бария. Поэтому титрование вначале проводят медленно, прибавляя раствор хлористого бария по каплям и тщательно перемешивая. При этом появившаяся от первых капель прибавляемого раствора голубая окраска бариевого комплекса нитхромазо переходит в фиолетовую. Далее изменение окраски происходит быстро.

Окончание титрования отмечают переходом фиолетовой окраски в неизменяющуюся в течение 1—2 мин голубую.

3.12.3. Обработка результатов

Массовую долю сульфат-ионов в молочной кислоте (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}0048 \cdot 100}{m} = \frac{0{,}48 \cdot V \cdot K}{m},$$

где V — объем раствора хлористого бария, пошедший на титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент к титру раствора хлористого бария, определяемый титрованием раствора серной кислоты в присутствии нитхромазо;

m — навеска молочной кислоты, г;

0,0048 — количество сульфат-ионов, соответствующее 1 см^3 раствора хлористого бария, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,01 %.

Абсолютная погрешность определения массовой доли сульфатов с вероятностью 0,95 не превышает 0,01 %.

3.12.1—3.12.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.13. **Определение хлоридов**

Сущность метода заключается в осаждении хлоридов раствором азотнокислого серебра и осаждении избыточных ионов серебра раствором роданистого аммония в присутствии железоаммонийных квасцов.

3.13.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 0,2 мг.

Колба коническая по ГОСТ 23932, вместимостью 100 $см^3$.

Цилиндр измерительный с носиком по ГОСТ 1770, вместимостью 25 $см^3$.

Бюретка по НТД, вместимостью 25 $см^3$.

Палочка стеклянная.

Пипетки по НТД, вместимостью 2 и 10 $см^3$.

Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 1000 $см^3$.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч., раствор концентрацией c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч., раствор концентрацией c (NH_4CNS) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.).

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор концентрацией 100 г/$дм^3$.

Квасцы железоаммонийные по нормативной документации по стандартизации, х.ч. (30 г железоаммонийных квасцов растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды и к раствору прибавляют разбавленную азотную кислоту до перехода коричневой окраски в желто-зеленую).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.13.2. Проведение испытания

Навеску молочной кислоты массой 1,5—2 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят количественно в колбу вместимостью 100 $см^3$, смывая 25 $см^3$ дистиллированной воды. Приливают из бюретки 10 $см^3$ раствора азотнокислого серебра, хорошо перемешивают в течение 1 мин, прибавляют 6 $см^3$ раствора азотной кислоты, 2 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов и титруют избыток серебра раствором роданистого аммония.

В начале титрования, когда образующиеся на поверхности раствора красные капли роданистого железа быстро исчезают, раствор сильно перемешивают. К концу титрования роданистый аммоний прибавляют при медленном перемешивании до появления розового окрашивания. Осадок роданистого серебра должен оставаться творожистым.

3.13.3. Обработка результатов

Массовую долю хлор-ионов (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V_1K_1 - V_2K_2) \cdot 0{,}0035 \cdot 100}{m} = \frac{0{,}35(V_1K_1 - V_2K_2)}{m},$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, $см^3$;

K_1 — поправочный коэффициент раствора азотнокислого серебра;

V_2 — объем раствора роданистого аммония, пошедший на обратное титрование, $см^3$;

K_2 — поправочный коэффициент раствора роданистого аммония;

m — навеска молочной кислоты, г;

0,0035 — количество хлора, соответствующее 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,02 %.

Абсолютная погрешность определения массовой доли хлоридов с вероятностью 0,95 не превышает 0,02 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.14. **Проба на барий**

Сущность метода заключается в осаждении бария серной кислотой с образованием труднорастворимого сульфата бария и визуальном его определении.

3.14.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Пипетки по НТД, вместимостью 1 и 5 $см^3$.

Пробирки по ГОСТ 25336, типов П1 или П2.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор концентрацией 10 $г/дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.14.2. Проведение испытания

К 1 $см^3$ молочной кислоты в пробирке прибавляют 4 $см^3$ дистиллированной воды, 1 $см^3$ раствора серной кислоты и нагревают до кипения. При этом не должно быть помутнения или выпадания осадка.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.15. **Определение содержания редуцирующих веществ в молочной кислоте из сахаросодержащего сырья**

Сущность метода заключается в окислении редуцирующих сахаров реактивом Фелинга, который титруется сахарным раствором до полного восстановления окисной меди в закисную в присутствии метиленовой сини.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.15.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 3-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 10 мг.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, НПВ 200 г, предельная погрешность 0,2 мг.

Стаканы химические по ГОСТ 25336, тип Н, исполнение 1, вместимостью 50 и 100 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 100 и 1000 $см^3$.

Пипетки по НТД, вместимостью 5 $см^3$.

Воронка стеклянная по ГОСТ 23932.

Промывалка.

Палочка стеклянная.

Колба плоскодонная по ГОСТ 23932, вместимостью 500 $см^3$.

Пробирки по ГОСТ 25336, типа П1 или П2.

Бюретка по НТД, вместимостью 25 $см^3$.

Трубки стеклянные.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Глюкоза по ГОСТ 6038, ч., раствор концентрацией 10 $г/дм^3$.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, х.ч.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х.ч.

Метиленовый голубой, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Раствор I. 10 г сернокислой меди растворяют в дистиллированной воде, добавляют 0,04 г метиленового голубого и объем в мерной колбе доводят до 1000 $см^3$.

Раствор II. 50 г виннокислого калия-натрия, 75 г гидроокиси натрия, 4 г ферроцианида калия растворяют каждый отдельно в дистиллированной воде, сливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки, перемешивают и фильтруют.

Раствор глюкозы. 0,1 г безводной глюкозы взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и объем доводят дистиллированной водой до метки.

Определение условного титра меднощелочного раствора.

Так как в эбулиостатическом методе 10 $см^3$ меднощелочного раствора (по 5 $см^3$ растворов I и II) должны соответствовать 5,7 мг глюкозы, то этот раствор необходимо приготовить точно и проверить по чистой глюкозе. Для этого 10 $см^3$ меднощелочного раствора титруют раствором глюкозы известной концентрации.

На основании концентрации глюкозы ($мг/см^3$) и количества миллилитров раствора, израсходованного на титрование, подсчитывают количество миллиграмм глюкозы, соответствующее 10 $см^3$ меднощелочного раствора.

Пример. Приготовленный раствор содержал 0,9050 мг глюкозы в 1 см³, на титрование 10 см³ меднощелочного раствора пошло 6,3 см³ раствора глюкозы. Титр меднощелочного раствора будет 0,9050·6,30 = 5,7.

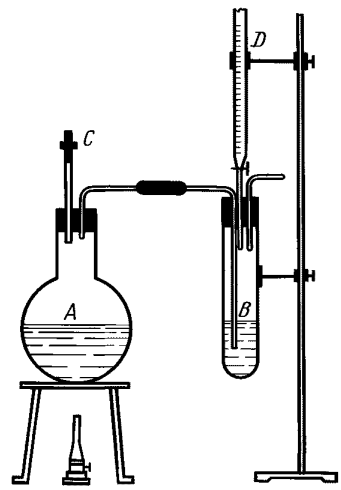
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.15.2. Проведение испытания

10 г молочной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем доводят до метки, перемешивают и раствор используют для титрования 10 см³ меднощелочного раствора (по 5 см³ растворов I и II).

Определение редуцирующих веществ проводят на простой установке, показанной на чертеже.

Установка для определения редуцирующих веществ



В колбу *A* вместимостью 500 см³ наливают дистиллированную воду и доводят до кипения. Бюретку *D* вместимостью 25 см³ наполняют исследуемым раствором молочной кислоты.

В пробирку *B* наливают пипеткой точно по 5 см³ растворов I и II и присоединяют ее к установке. Закрывают кран *C* и пропускают в пробирку пар. Нагревание раствора в пробирке продолжают 30—50 с.

Когда пар начнет проходить через меднощелочной раствор, его титруют раствором кислоты из бюретки так, чтобы не прекращалось кипение.

Необходимо проводить два титрования: предварительное и основное. В предварительном титровании устанавливают приблизительный расход испытуемого раствора, в основном — его истинное количество.

Предварительное титрование ведут со скоростью 3—4 капли в секунду до изменения цвета жидкости от синего до фиолетового, кипятят 2 мин и продолжают титрование. Изменение фиолетового цвета жидкости в желтый от одной капли указывает на конец титрования.

В основном титровании сразу приливают 80 % анализируемого раствора от количества, установленного в предварительном испытании, кипятят 2 мин и титруют, прибавляя раствор со скоростью 1 капля в 5—6 с.

Продолжительность определения 5—7 мин.

3.15.3. Обработка результатов

Массовую долю редуцирующих веществ (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{5{,}7 \cdot n \cdot 100}{V \cdot 1000} = \frac{0{,}57 \cdot n}{V},$$

где 5,7 — условный титр меднощелочного раствора по глюкозе;

n — степень разбавления;

V — объем раствора кислоты, израсходованный на титрование 10 см³ меднощелочного раствора, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллель-

ных определений. Допустимое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,02 %.

Абсолютная погрешность определения массовой доли редуцирующих веществ с вероятностью 0,95 не превышает 0,1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.16. **Определение редуцирующих веществ в молочной кислоте из лактозосодержащего сырья**

Сущность метода заключается в окислении редуцирующих сахаров реактивами Фелинга. Образовавшийся осадок закиси меди окисляют растворением в железоаммонийных квасцах до $CuSO_4$, а железо железоаммонийных квасцов восстанавливается до $FeSO_4$, количество которого определяют титрованием $KMnO_4$.

3.16.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, НПВ 200 г.

Стакан химический по ГОСТ 25336, вместимостью 25 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 500 и 1000 см^3.

Пипетки по НТД, вместимостью 5, 10, 100 см^3.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Промывалка.

Палочка стеклянная.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см^3.

Колба Бунзена.

Воронка Бюхнера со стеклянным пористым фильтром № 4.

Бюретка по НТД, вместимостью 50 см^3.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Квасцы железоаммонийные.

Калий марганцовокислый.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.16.2. Подготовка к испытаниям

Для проведения определения редуцирующих веществ используют растворы Фелинга I и II, раствор железоаммонийных квасцов и раствор марганцовокислого калия, 1 см^3 которого соответствует 10 мг меди.

3.16.2.1. *Приготовление раствора Фелинга I*

69,26 г перекристаллизованной кристаллической $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой.

3.16.2.2. *Приготовление раствора Фелинга II*

346 г виннокислого калия-натрия растворяют при слабом нагревании в 600 см^3 воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Отдельно растворяют 103 г NaOH в 200 см^3 воды и приливают его к раствору виннокислого калия-натрия в мерную колбу, перемешивают и доводят до 1000 см^3 водой.

Раствор хранят в склянке с плотной резиновой пробкой.

3.16.2.3. *Приготовление раствора железоаммонийных квасцов*

В колбу вместимостью 500 см^3 вливают 250 см^3 дистиллированной воды, вносят 86 г железоаммонийных квасцов, после растворения фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 25 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают, охлаждают и доводят водой до 1000 см^3.

Добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия концентрацией c (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) до появления слабо-розовой окраски.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой.

3.16.2.4. *Приготовление раствора марганцовокислого калия*

Раствор марганцовокислого калия готовят растворением 5 г в 1000 см^3 воды. Титр раствора (K-$KMnO_4$) устанавливают по раствору щавелевой кислоты концентрацией c (1/2 $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.):

$$K - KMnO_4 = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — количество раствора щавелевой кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), 25 см³:

V_2 — количество раствора марганцовокислого калия, израсходованное на титрование, см³.

Раствор марганцовокислого калия необходимо хранить в склянке темного стекла с притертой пробкой, избегая воздействия прямых солнечных лучей.

3.16.3. Проведение испытания

Навеску молочной кислоты 25 г взвешивают с погрешностью 0,01 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Полученный раствор тщательно перемешивают и отбирают для анализа пробы по 100 см³. К 100 см³ раствора молочной кислоты приливают по 25 см³ растворов Фелинга I и II, перемешивают, смесь нагревают в течение 2,0—2,5 мин до кипения, кипятят в течение 6,0 мин с момента закипания. Затем выпавший осадок закиси меди отфильтровывают на стеклянном пористом фильтре при необходимости с асбестовым слоем, установленным в колбе Бунзена. Осадок промывают холодной дистиллированной водой, затем фильтр переносят на чистую колбу Бунзена, не включая насос.

К осадку закиси меди, оставшемуся в колбе, приливают 40—50 см³ железоаммонийных квасцов. Полученную жидкость сливают на фильтр, осторожно перемешивают осадок для более быстрого растворения и медленно фильтруют.

Колбу и фильтр промывают небольшими порциями холодной воды до достижения в фильтрате нейтральной реакции среды по индикаторной бумаге.

Полученный фильтрат с промывными водами титруют раствором марганцовокислого калия до появления слабо-розового окрашивания.

1 см³ марганцовокислого калия, использованный на титрование фильтрата с промывными водами, эквивалентен 10 мг меди, восстановленной редуцирующими сахарами.

Содержание редуцирующих веществ в 100 см³ раствора молочной кислоты, соответствующее определенному количеству меди, приведено в табл. 5.

Таблица 5

Количество меди, мг	Количество редуцирующих веществ (X_7), мг	Количество меди, мг	Количество редуцирующих веществ (X_7), мг
5	0,0035	55	0,0405
10	0,0075	60	0,0450
15	0,0110	61	0,0460
20	0,0150	62	0,0465
25	0,0185	63	0,0470
30	0,0225	64	0,0480
35	0,0265	65	0,0485
40	0,0300	66	0,0490
45	0,0335	67	0,0495
50	0,0365	68	0,0505

3.16.4. Обработка результатов

Массовую долю редуцирующих веществ (X_6) в процентах определяют путем последовательных вычислений сначала количества меди, восстановленного 100 см³ раствора молочной кислоты, а затем количества редуцирующих веществ (X_7) в мг по п. 3.16.3:

$$X_6 = \frac{X_7 \cdot 100}{5},$$

где X_7 — количество редуцирующих веществ в 100 см³ раствора молочной кислоты, найденной по табл. 5, г;

5 — навеска молочной кислоты в 100 см³ раствора, г.

Абсолютная погрешность определения массовой доли редуцирующих веществ с вероятностью 0,95 не превышает 0,1 %.

3.16—3.16.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. **Молочную кислоту упаковывают:**

в стеклянные бутылки по ГОСТ 5717 вместимостью 10 дм^3;

в бочки из полиэтилена высокого давления низкой плотности марки 10802—020, вместимостью 50 дм^3;

в бочки и автомобильные цистерны из титана марки ВТ1—0.

Отклонение полноты налива молочной кислоты в стеклянные бутылки вместимостью 10 дм^3, бочки из полиэтилена вместимостью 50 дм^3, бочки и автомобильные цистерны из титана установить ±2,5 % по массе нетто.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Стеклянные бутыли закрывают жестяными лакированными крышками и упаковывают в дощатые неразборные ящики типа II—I номер 19 или 22 по ГОСТ 13358.

Промежутки между тарой и бутылью заполняют упаковочным материалом, обеспечивающим сохранность продукции.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Упаковка кислоты, отгружаемой в районы Крайнего Севера и отдаленные районы, должна производиться в соответствии с требованиями ГОСТ 15846.

4.4. Транспортную тару маркируют по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Хрупкое. Осторожно», «Верх».

На каждую стеклянную бутыль, бочку из полиэтилена или титана прикрепляют этикетку с указанием:

наименования предприятия-изготовителя и товарного знака;

наименования продукта;

вида сырья;

массы нетто;

сорта и концентрации;

номера партии;

даты изготовления;

обозначения настоящего стандарта.

Автомобильные цистерны из титана маркируют надписью: «Кислота молочная пищевая».

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.5. Молочная кислота должна транспортироваться всеми видами транспорта, с соблюдением правил, действующих на каждом виде транспорта.

4.6. Молочная кислота должна храниться в таре изготовителя в закрытых складских помещениях.

4.7. Срок хранения молочной кислоты со дня изготовления — 1 год.

(Введен дополнительно, Изм. № 3)

Разд. 5. **(Исключен, Изм. № 3)**.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Справочное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 6—09—5360—87 Фенолфталеин

ПРИЛОЖЕНИЕ А. **(Введено дополнительно, Изм. № 3)** .

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.04.79 № 1257

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12.11.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3082

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 490—41

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.3.002—75	1а.1
ГОСТ 12.4.011—89	1а.2
ГОСТ 21—94	1.2
ГОСТ 596—89	1.2
ГОСТ 857—95	1.2
ГОСТ 1277—75	3.13.1
ГОСТ 1692—85	1.2
ГОСТ 1770—74	3.3.1, 3.4.1.1, 3.4.2.1, 3.6.1.1 3.6.2.1, 3.13.1, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 2149—75	1.2
ГОСТ 2184—77	1.2
ГОСТ 2263—79	1.2
ГОСТ 2874—82	1.2
ГОСТ 3118—77	3.6.1.1, 3.6.2.1, 3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 4108—72	3.12.1
ГОСТ 4147—74	3.9.1, 3.10.1
ГОСТ 4148—78	3.10.1
ГОСТ 4159—79	3.4.2.1
ГОСТ 4165—78	3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 4172—76	1.2
ГОСТ 4204—77	3.3.1, 3.6.1.1, 3.11.1, 3.14.1
ГОСТ 4207—75	3.15.1
ГОСТ 4212—76	3.6.1.1, 3.6.2.1
ГОСТ 4328—77	3.3.1, 3.10.1, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 4453—74	1.2
ГОСТ 4461—77	3.6.1.1, 3.6.2.1, 3.13.1
ГОСТ 4462—78	3.4.1.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 5717—91	4.1
ГОСТ 5845—79	3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 6038—79	3.15.1
ГОСТ 6709—72	3.3.1, 3.4.1.1, 3.4.2.1, 3.6.1.1, 3.6.2.1, 3.9.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.14.1, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 6816—79	1.2
ГОСТ 8253—79	1.2
ГОСТ 9147—80	3.5.1, 3.6.1.1
ГОСТ 12026—76	3.11.1, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 13358—84	4.2
ГОСТ 14192—96	4.4
ГОСТ 14919—83	3.3.1, 3.6.1.1, 3.14.1, 3.16.1
ГОСТ 15846—79	4.3
ГОСТ 18300—87	3.11.1
ГОСТ 20298—74	1.2
ГОСТ 23932—90	3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.15.1
ГОСТ 24104—88	3.3.1, 3.4.1.1, 3.5.1, 3.6.1.1, 3.6.2.1, 3.12.1, 3.13.1, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 25336—82	3.3.1, 3.5.1, 3.6.1.1, 3.6.2.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.14.1, 3.15.1, 3.16.1
ГОСТ 26927—86	1а.4, 3.8
ГОСТ 26930—86	1а.4, 3.7, 3.8
ГОСТ 26931—86	1.5, 3.8
ГОСТ 26932-86 — ГОСТ 26935-86	1а.4, 1.5, 3.8
ГОСТ 27067—86	3.6.1.1, 3.6.2.1, 3.13.1
ГОСТ 28498—90	3.11.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.91 № 2074

6. ИЗДАНИЕ (апрель 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1986 г., декабре 1991 г., апреле 1999 г. (ИУС 3—87, 4—92, 6—99)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000.Сдано в набор 11.04.2002. Подписано в печать 26.04.2002. Усл. печ. л. 2,32.Уч.-изд. л. 2,30.
Тираж 143 экз. С 5270. Зак. 323.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http:// gost.e-ecolog.ru e-mail:gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru