ГОСТ 3623—73

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАСТЕРИЗАЦИИ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 631.1:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения пастеризации

ГОСТ 3623—73

Milk and milk products.
Methods for determination of pasteurization

МКС 67.100.10

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на пастеризованное молоко, сливки, пахту, сыворотку и устанавливает методы определения пастеризации, а также на творог, сметану, сливочное масло, кисломолочные напитки и другие молочные продукты при оценке эффективности пастеризации сырья, из которого они выработаны.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб молока и молочных продуктов проводят по ГОСТ 26809 и ГОСТ 13928.

2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРОКСИДАЗЫ

2.1а. Пероксидаза инактивируется при температуре пастеризации не ниже 80 °С с выдержкой 20—30 с.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

А. Метод определения пероксидазы по реакции с солянокислым рафенилендиамином

2.1. *Сущность метода*

Метод основан на разложении перекиси водорода ферментом пероксидазы, содержащейся в молоке и молочных продуктах.

Освобождающийся при разложении перекиси водорода активный кислород окисляется парафенилендиамином, образуя соединение синего цвета.

2.2. *Аппаратура, материалы и реактивы:*

весы лабораторные аналитические;

весы лабораторные технические;

пробирки по ГОСТ 23932;

пипетки вместимостью 2 и 5 $см^3$ по ГОСТ 29169;

пипетки вместимостью 5 или 10 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$ по ГОСТ 29169;

капельницы из темного стекла или покрытые черным лаком;

колбы мерные вместимостью 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 1770;

колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770;

баня водяная с нагревательным прибором;

парафенилендиамин солянокислый, 2 %-ный водный раствор. Раствор нестойкий, его следует хранить в склянке из темного стекла с плотно закрытой пробкой, в темном, прохладном месте;

кислота лимонная кристаллическая по ГОСТ 3652, х. ч. или ч. д. а.;

кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., концентрированная;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,1 н. раствор;

перекись водорода «медицинская» по ГОСТ 10929, 0,5 %-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

натрий фосфорнокислый двузамещенный кристаллический по ГОСТ 11773; х. ч. или ч. д. а.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1973
© ИПК Издательство стандартов, 2003

2.3. *Подготовка к анализу*

2.3.1. *Проверка пригодности 2 %-ного раствора солянокислого парафенилендиамина*

При применении 2 %-ного раствора солянокислого парафенилендиамина, хранившегося более 1—2 дней, следует проверить его пригодность. Для этого в пробирке нужно вскипятить 5 см³ молока, охладить, прилить 2,5 см³ буферной смеси, перемешать и поместить на 3—5 мин в водяную баню с температурой воды (35 ± 2) °С. Затем прибавить 6 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода и 3 капли раствора солянокислого парафенилендиамина, перемешать и снова поместить в водяную баню. Появление темно-синей или серовато-синей окраски указывает на непригодность раствора.

2.3.2. *Приготовление буферной смеси*

97 г двузамещенного фосфорнокислого натрия и 0,65 г лимонной кислоты, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 500 см³, доливают до метки и перемешивают. Буферную смесь следует сохранять в склянке из темного стекла с плотно закрытой пробкой.

2.3.3. *Определение содержания перекиси водорода в концентрированном растворе*

3—4 г концентрированной перекиси водорода, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, переносят без потерь в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают. 10 см³ приготовленного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ воды, 10 см³ разбавленной серной кислоты (1:4) и содержимое титруют 0,1 н. раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях, с тем же количеством реактивов и воды (без перекиси водорода).

Массовую долю перекиси водорода X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(v - v_1) \cdot 0{,}0017 \cdot 25 \cdot 100}{m},$$

где v — количество точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, израсходованное на титрование раствора перекиси водорода, см³;

v_1 — количество точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, израсходованное на контрольное титрование, см³;

0,0017 — количество перекиси водорода, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, г;

m — навеска перекиси водорода, г.

2.3.4. *Приготовление 0,5 %-ного раствора перекиси водорода*

Для приготовления 0,5 %-ного раствора перекиси водорода имеющийся концентрированный раствор, в зависимости от содержания в нем перекиси водорода, разводят водой, предварительно прокипяченной и охлажденной. Раствор быстро разлагается, поэтому его следует приготовлять в небольшом количестве.

Растворы следует сохранять в склянке из темного стекла в прохладном месте.

2.4. *Проведение анализа*

В пробирку отмеривают или отвешивают анализируемый продукт и дистиллированную воду.

Количество дистиллированной воды и анализируемого продукта должно соответствовать указанному в табл. 1.

Таблица 1

Наименование продукта	Количество продукта	Количество дистиллированной воды, см³
Молоко пастеризованное	5 см³	—
Сливки	2—3 см³	2—3
Сметана	2—3 г	2—3
Кисломолочные напитки (кефир, ацидофильное молоко, ацидофилин, кумыс, йогурт и др.); простокваша, напитки с плодово-ягодными наполнителями (фильтраты)	5 см³	—
Белковые продукты (творог, творожные изделия, паста и др.)	2—3 г	2—3
Сливочное масло (плазма масла)	2—3 см³	2—3

Кисломолочные напитки с плодово-ягодными наполнителями фильтруют через бумажный фильтр. Пастеризацию определяют по реакции фильтрата с йодистокалиевым крахмалом.

Для получения 2—3 $см^3$ плазмы масла 50 г сливочного масла расплавляют при температуре не выше 50 °С, затем охлаждают и застывший слой жира удаляют.

После добавления воды анализируемые продукты тщательно растирают стеклянной палочкой.

Затем в пробирку с указанным количеством продукта и воды приливают 2,5 $см^3$ буферной смеси, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и помещают в водяную баню с температурой воды (35 ± 2) °С, где выдерживают 3—5 мин, чтобы содержимое пробирки приняло эту температуру. Затем добавляют 6 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода и 3 капли раствора парафенилендиамина солянокислого, перемешивают вращательными движениями содержимое пробирки после добавления каждого реактива. После этого снова помещают пробирку в водяную баню и наблюдают изменение окраски жидкости.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.5. *Оценка результатов*

При отсутствии фермента пероксидазы в молоке и молочных продуктах цвет содержимого пробирки не изменяется. Следовательно, молоко и молочные продукты подвергались пастеризации при температуре не ниже 80 °С.

При наличии пероксидазы в молоке, сливках, сливочном масле содержимое пробирок приобретает темно-синее окрашивание. При наличии пероксидазы в кисломолочных продуктах и кислосливочном масле содержимое пробирок приобретает серо-фиолетовый цвет, постепенно переходящий в темно-синее окрашивание. Следовательно, молоко и молочные продукты не подвергались пастеризации или подвергались пастеризации при температуре ниже 80 °С, или были смешаны с непастеризованными продуктами. Чувствительность метода позволяет обнаружить добавление не менее 5 % непастеризованных молочных продуктов к пастеризованным.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Б. Определение пероксидазы по реакции с йодистокалиевым крахмалом

2.6. *Сущность метода*

Метод основан на разложении перекиси водорода ферментом пероксидазой, содержащейся в молоке и молочных продуктах. Освобождающийся при разложении перекиси водорода активный кислород окисляет йодистый калий, освобождая йод, образующий с крахмалом соединение синего цвета.

2.7. *Аппаратура, материалы и реактивы:*

аппаратура по п. 2.2;

перекись водорода «медицинская» по ГОСТ 10929, 0,5 %-ный раствор;

крахмал картофельный по ГОСТ 7699;

калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч. или ч. д. а.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

воронки стеклянные В-56—80 ХУ-I по ГОСТ 25336;

фильтры бумажные диаметром 11 см.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.8. *Подготовка к анализу*

2.8.1. *Приготовление 0,5 %-ного раствора перекиси водорода по п. 2.3.4.*

2.8.2. *Приготовление йодистокалиевого крахмала*

3 г крахмала взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и смешивают с 5—10 $см^3$ дистиллированной холодной воды до получения однородной массы. Отдельно в колбе доводят до кипения 100 $см^3$ дистиллированной воды и при непрерывном помешивании приливают воду к разведенному крахмалу, не допуская образования комков. Полученный раствор доводят до кипения. После охлаждения к раствору крахмала прибавляют 3 г йодистого калия, перемешивая до растворения кристаллов йодистого калия.

Раствор йодистокалиевого крахмала является нестойким реактивом, поэтому приготовлять его следует в небольшом количестве и сохранять в темном прохладном месте не более двух дней.

2.8.3. *Проверка пригодности раствора йодистокалиевого крахмала*

Для определения пригодности раствора йодистокалиевого крахмала, хранившегося более двух дней, перед употреблением его необходимо проверить. Для этого в пробирке нужно вскипятить 5 $см^3$ молока, охладить, прилить 5 капель раствора йодистокалиевого крахмала и 5 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода и перемешать. Появление темно-синей или серовато-синей окраски указывает на непригодность раствора.

2.8.4. Допускается вместо йодистокалиевого крахмала применять отдельно приготовленный 1 %-ный раствор крахмала и 10 %-ный раствор йодистого калия.

2.9. *Проведение анализа*

Отмеривание или взвешивание анализируемых продуктов и воды и подготовку плазмы масла производят по п. 2.4.

В пробирку с указанным количеством продукта и воды приливают 5 капель раствора йодистокалиевого крахмала и 5 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода, вращательными движениями перемешивают содержимое пробирки после добавления каждого реактива. Затем определяют наличие пероксидазы по изменению окраски.

Если применяют отдельно раствор крахмала и йодистого калия, то поступают следующим образом: в каждую пробирку с продуктами, подготовленными, как указано в п. 2.4, приливают 0,5 $см^3$ 1 %-ного раствора крахмала, 2 капли 10 %-ного раствора йодистого калия и 5 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода, перемешивают содержимое пробирок после добавления каждого реактива, затем определяют наличие пероксидазы по изменению окраски.

2.10. *Оценка результатов*

При отсутствии фермента пероксидазы в молоке и молочных продуктах цвет содержимого пробирки не изменится. Следовательно, молоко и молочные продукты подвергались пастеризации при температуре не ниже 80 °С.

При наличии пероксидазы в молоке, сливках, сливочном масле содержимое пробирок приобретает темно-синее окрашивание. При наличии пероксидазы в кисломолочных продуктах и кислосливочном масле содержимое пробирок не более чем через 2 мин приобретает серовато-синюю окраску, постепенно переходящую в темно-синюю. Следовательно, молоко и молочные продукты не подвергались пастеризации или подвергались пастеризации при температуре ниже 80 °С, или были смешаны с непастеризованными молочными продуктами. Появление окраски в пробирках более чем через 2 мин после добавления йодистокалиевого крахмала и перекиси водорода не указывает на отсутствие пастеризации, так как может вызываться разложением реактивов.

Чувствительность метода позволяет обнаружить добавление не менее 5 % непастеризованных молочных продуктов к пастеризованным, а для напитков с плодово-ягодными наполнителями —0,5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФАТАЗЫ

3.1а. Фосфатаза инактивируется при температуре пастеризации не ниже 63 °С с выдержкой 30 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

А. Определение фосфатазы по реакции с 4-аминоантипирином (арбитражный метод)

3.1. *Сущность метода*

Метод основан на гидролизе динатриевой соли фенилфосфорной кислоты ферментом фосфатазой, содержащейся в молоке и молочных продуктах. Выделившийся при гидролизе свободный фенол в присутствии окислителя дает розовое окрашивание с 4-аминоантипирином.

3.2. *Аппаратура, материалы и реактивы:*

весы лабораторные аналитические;

весы лабораторные технические;

пробирки стеклянные по ГОСТ 23932, размером 16 × 150 мм;

пипетки измерительные вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 29169;

ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147;

колба коническая вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770;

цилиндр стеклянный вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 1770;

баня водяная;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.;

аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный, ч. д. а.;

фенилфосфорной кислоты динатриевая соль двуводная — по действующей технической документации, утвержденной в установленном порядке;

4-аминоантипирин, ч.;

цинк сернокислый по ГОСТ 4174, х. ч.;
медь сернокислая по ГОСТ 4165, х. ч.;
эфир этиловый;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
воронки стеклянные В 56—80 ХУ-1 ГОСТ 25336, колба мерная вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770;
фильтры бумажные диаметром 11 см;
бумага индикаторная универсальная pH 1—10;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., 1 н. раствор;
уголь активированный.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

3.3. *Подготовка к анализу*

Молоко пастеризованное, сливки, кисломолочные напитки, простокваша для проведения анализа дополнительной подготовки не требует. Творог и сметану необходимо развести дистиллированной водой. Для этого 1 г творога и сметаны помещают в пробирку и тщательно перемешивают с 2 см^3 дистиллированной воды.

Кисломолочные напитки с плодово-ягодными наполнителями необходимо профильтровать через бумажный фильтр с активированным углем (2 г активированного угля на 25 см^3 продукта). Сыворотку и фильтраты кисломолочных напитков с плодово-ягодными наполнителями следует нейтрализовать 1 н. раствором гидроокиси натрия до pH 6, контролируя по универсальной индикаторной бумажке.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.3.1. *Приготовление основного буферного раствора* (pH 10 ± 0,2)

40 г хлористого аммония (NH_4Cl), взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100—200 см^3 дистиллированной воды, добавляют 348 см^3 25 %-ного водного аммиака (NH_4OH) и доводят до 1 дм^3 дистиллированной водой.

3.3.2. *Приготовление субстрата*

Приготовление раствора А

1,25 г динатриевой соли фенилфосфорной кислоты ($C_6H_5O_4PNa_2$), взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 100 см^3 основного буферного раствора.

Приготовление раствора Б

0,8 г 4-аминоантипирина ($C_{11}H_{11}ON_2NH_2$), взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 900 см^3 дистиллированной воды.

Растворы А и Б должны быть бесцветными и храниться в склянках из темного стекла в холодильнике. Срок хранения не более 1 мес. Пожелтевшие растворы для работы непригодны.

Рабочий раствор субстрата готовят непосредственно перед определением реакции смешиванием растворов А и Б (1 : 9). Рабочий раствор пригоден для работы в течение 8 ч при хранении его в склянке из темного стекла.

При необходимости динатриевую соль фенилфосфорной кислоты очищают от свободного фенола промыванием этиловым эфиром до полного удаления фенола. Сушить реактив при комнатной температуре под тягой.

3.3.3. *Приготовление осадителя системы цинк-медь*

30 г сульфата цинка ($ZnSO_4$в $7H_2O$) и 6 г сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 1 л дистиллированной воды.

3.3.4. *Приготовление 1 н. раствора гидроокиси натрия*

40 г кристаллической гидроокиси натрия взвесить с погрешностью не более 0,1 г и растворить в дистиллированной воде в мерной колбе 1 дм^3, доведя объем до метки.

3.3.5. Активированный уголь в таблетках растереть в ступке.

3.3.4, 3.3.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 4).**

3.4. *Проведение анализа*

К 3 см^3 молока, сливок, кефира, простокваши, сыворотки или предварительно подготовленных для анализа по п. 3.3 продуктов добавляют 2 см^3 рабочего раствора субстрата. Затем перемешивают содержимое пробирки и ставят в водяную баню, нагретую до 40—45 °С на 30 мин. В пробирку, вынутую из водяной бани, добавляют 5 см^3 осадителя системы цинк-медь, тщательно перемешивают содержимое пробирки и снова ставят в водяную баню с температурой 40—45 °С на 10 мин. Вынув

пробирку из бани, производят визуальное сравнение содержимого пробирки испытуемого продукта с контрольным опытом.

Контрольным опытом для всех продуктов является аналогичная реакция с кипяченым молоком. Если контрольный опыт с кипяченым молоком дает слабо-розовое окрашивание — динатрий-фенилфосфат подлежит дополнительной очистке по п. 3.3.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.5. *Оценка результатов*

3.5.1. При отсутствии фермента фосфатазы в молоке и молочных продуктах окраска содержимого пробирки (раствора, отделившегося от осажденного белка) бесцветная, т. е. аналогичная содержимому пробирок контрольного опыта. Следовательно, молоко и молочные продукты подвергались пастеризации при температуре не ниже 63 °С.

При наличии фосфатазы в молоке и молочных продуктах содержимое пробирок (раствор) имеет окрашивание от розового до темно-красного цвета. Следовательно, молоко и молочные продукты не подвергались пастеризации или подвергались пастеризации при температуре ниже 63 °С или были смешаны с непастеризованными молочными продуктами.

При оценке реакции учитывается только цвет, но не прозрачность раствора.

Чувствительность метода позволяет обнаружить добавление непастеризованных молочных продуктов к пастеризованным: 0,3 % в молоке, сливках, кисломолочных напитках и 0,5 % в твороге и сметане и 1 % в напитках с плодово-ягодными наполнителями и сыворотке.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.5.2. Творог и сметану на пастеризацию исходного сырья — молока и сливок определяют по фосфатазе не позднее семи суток с момента выработки творога, сметаны — не позднее пяти суток.

Определение пастеризации всех видов молочных, сливочных напитков и творожных изделий с наполнителями и продуктов из сыворотки должно производиться путем контроля исходного сырья (молоко, сливки, творог, сыворотка) в соответствии с разд. 3 А.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

Б. Определение фосфатазы по реакции с фенолфталеинфосфатом натрия

3.6. *Сущность метода*

Метод основан на гидролизе фенолфталеинфосфата натрия ферментом фосфатазой, содержащейся в молоке и молочных продуктах. Освобождающийся при гидролизе фенолфталеин в щелочной среде дает розовое окрашивание.

3.7. *Аппаратура, материалы и реактивы:*

аппаратура по п. 2.2;

аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., 1 н. раствор;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч. или ч. д. а., 1 н. раствор;

смесь буферная аммиачная;

фенолфталеинфосфат натрия порошкообразный, 10 или 0,1 %-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

пробирки стеклянные по ГОСТ 23932 из бесцветного стекла с нанесенными метками на объем 2 $см^3$;

пипетки измерительные вместимостью 1 и 2 $см^3$ по ГОСТ 29169;

пробки резиновые.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.8. *Подготовка к анализу*

3.8.1. *Приготовление аммиачной буферной смеси*

80 $см^3$ 1 н. раствора аммиака смешивают с 20 $см^3$ 1 н. раствора хлористого аммония (pH 9,8).

3.8.2. Приготовление 0,1 %-ного раствора фенолфталеинфосфата натрия.

0,1 г порошкообразного фенолфталеинфосфата натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ с небольшим количеством буферной смеси, затем доливают буферную смесь до метки и перемешивают.

3.9. *Проведение анализа*

В пробирку отмеривают анализируемый продукт, дистиллированную воду и реактив. Количество анализируемого продукта, дистиллированной воды и реактива должно соответствовать указанному в табл. 2.

Таблица 2

Наименование продуктов	Количество продукта, см³	Количество дистиллированной воды, см³	Количество раствора фенолфталеинфосфата натрия, см³
Молоко пастеризованное	2	—	1
Сливки	2	2	1
Кисломолочные напитки: кефир, ацидофильное молоко, ацидофилин, кумыс, йогурт и др.	2	2	2
Простокваша	2	2	2

После добавления дистиллированной воды и реактива содержимое пробирки закрывают пробкой и взбалтывают.

Затем пробирку помещают в водяную баню с температурой воды от 40 до 45 °С и определяют окраску содержимого пробирки через 10 мин и через 1 ч.

3.10. *Оценка результатов*

При отсутствии фермента фосфатазы в молоке и молочных продуктах окраска содержимого пробирки не изменяется. Следовательно, молоко и молочные продукты подвергались пастеризации при температуре не ниже 63 °С. При наличии фосфатазы в молоке и молочных продуктах содержимое пробирки приобретает окраску от светло-розовой до ярко-розовой. Следовательно, молоко и молочные продукты не подвергались пастеризации или подвергались пастеризации при температуре ниже 63 °С, или были смешаны с непастеризованными продуктами.

Чувствительность метода позволяет обнаружить добавление не менее 2 % непастеризованных молочных продуктов к пастеризованным.

Определение пастеризации всех видов молочных, сливочных напитков должно производиться путем контроля исходного сырья (молоко, сливки) в соответствии с разд. 3 Б.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОЙ ФОСФАТАЗЫ

4.1. Кислая фосфатаза инактивируется при температуре пастеризации молока и сливок 85 °С с выдержкой не менее 30 мин, 90 °С с выдержкой не менее 5 мин и кипячении; термической обработки сливок 103 °С с выдержкой 15—20 с.

Метод определения кислой фосфатазы предназначен для контроля эффективности термической обработки.

4.2. Сущность метода

Метод основан на свойстве кислой фосфатазы катализировать при pH (4,00 ± 0,05) гидролиз динатриевой соли фенилфосфорной кислоты с образованием фенола и фосфата натрия. Фенол с 4-аминоантипирином при добавлении осадителя системы цинк-медь в условиях щелочной реакции образует окрашенное соединение, изменяющее интенсивность окраски от слаборозовой до темно-вишневой (в зависимости от концентрации фенола). По разнице в интенсивности окраски опытных и контрольных проб определяют активность кислой фосфатазы (соблюдены ли режимы термической обработки).

4.3. Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор потенциометрический с диапазоном измерения 3—4,5 ед. pH, позволяющий измерить pH с погрешностью ± 0,05, по ГОСТ 19881 или ГОСТ 27987.

Баня водяная с регулируемым подогревом или ультратермостат, обеспечивающие регулирование температуры от 25 до 50 °С, с точностью ± 1 °С.

Бюретки 3—1—25—0,1; 3—2—25—0,1; 3—1—50—0,1; 3—2—50—0,1 ГОСТ 29251.

Весы лабораторные общего назначения, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*.

Весы лабораторные общего назначения, 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Воронка В-56—80 ХС ГОСТ 25336.

---

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

Капельница 2—50 ХС ГОСТ 25336.

Колбы $К_н$ 2—250—34; 2—250—40; 2—250—50 ХС ГОСТ 25336.

Колбы 1—50—2; 1—100—2; 1—250—2; 1—500—2; 1—1000—2; 2—100—2; 2—50—2; 2—250—2; 2—500—2; 2—1000—2 ГОСТ 1770.

Пипетки 4—1—1; 4—1—2; 5—1—1; 5—1—2; 6—1—5; 6—1—10; 7—1—5; 7—1—10 ГОСТ 29169.

Пробирки П 4—15—14/23, П 2—16—150 ХС ГОСТ 25336.

Секундомер по нормативному документу.

Цилиндры 1—50; 1—100; 1—500; 3—50; 3—100 ГОСТ 1770.

Штатив для пробирок.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Фольга алюминиевая для упаковки по ГОСТ 745.

4-аминоантипирин, ч.

Аммиак 25 %-ный водный раствор по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная, 0,1 моль/дм^3, фиксанал.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Медь серно-кислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч.

Метиловый оранжевый, индикатор с массовой долей 0,1 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Фенилфосфорной кислоты динатриевая соль 2-водная, ч.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, ч.

4.4. Подготовка к анализу

4.4.1. *Приготовление буферного раствора*

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 72 см^3 ледяной уксусной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем подщелачивают концентрированным раствором гидроокиси натрия до (3,78 ± 0,05) pH.

4.4.2. Приготовление и хранение раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоантипирина.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят (0,300 ± 0,001) г динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и (0,021 ± 0,001) г 4-аминоантипирина, 80 см^3 дистиллированной воды, содержимое растворяют, добавляют 10 см^3 буферного раствора, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

Реактив хранят в темном месте при температуре (20 ± 5) °С не более 2 ч.

4.4.3. *Приготовление осадителя системы цинк-медь*

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят (150,00 ± 0,05) серно-кислого цинка и (30,00 ± 0,05) г серно-кислой меди, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4.4.4. *Приготовление 3 моль/дм^3 раствора аммиака и определение его концентрации*

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 разбавляют 333 см^3 аммиака с массовой долей 25 % до метки дистиллированной водой.

Концентрацию раствора аммиака проверяют 0,2 моль/дм^3 раствором соляной кислоты, используя в качестве индикатора раствор с массовой долей 0,1 % метилового оранжевого. В коническую колбу вносят 1 см^3 исследуемого раствора аммиака, 50 см^3 дистиллированной воды, 1—2 капли индикатора, перемешивают и титруют 0,2 моль/дм^3 соляной кислотой. Концентрацию аммиака устанавливают по формуле

$$K = 0{,}2\ A,$$

где K — молярная концентрация исследуемого раствора аммиака, моль/дм^3;

0,2 — молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм^3;

A — объем израсходованной на титрование соляной кислоты, см^3.

Раствор аммиака хранят в плотно закупоренной посуде. Перед взятием аммиака содержимое бутылки перемешивают.

4.5. Проведение анализа

4.5.1. *Приготовление опытной пробы*

Исследуемое молоко или сливки вносят по 1 см^3 в три пробирки. В одну из пробирок с молоком или сливками добавляют 10 см^3 раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоанти-

пирина, перемешивают, помещают в водяную баню или ультратермостат с температурой (36 ± 1) °С. Через одинаковые промежутки времени, например 1 мин, вышеуказанную операцию проводят последовательно с остальными двумя пробирками. Продолжительность выдерживания каждой из трех пробирок в водяной бане или ультратермостате, контролируемая по секундомеру, составляет 90 мин. Затем вносят из бюретки вместимостью 25 $см^3$ или отмеривают пипеткой по 1 $см^3$ осадителя системы цинк-медь, 0,6 $см^3$ раствора с концентрацией аммиака 3 моль/$дм^3$ через те же промежутки времени, как и при смешивании с раствором соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоантипирина, перемешивают после добавления каждого реактива, фильтруют и выдерживают 60 мин при температуре (20 ± 5) °С.

4.5.2. *Приготовление контрольной пробы*

Контрольную пробу готовят следующим способом: в три пробирки вносят по 10 $см^3$ раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоантипирина, выдерживают подобно опытным пробам при температуре (36 ± 1) °С 90 мин. Пробирки вынимают из водяной бани или ультратермостата, добавляют по 1 $см^3$ осадителя системы цинк-медь, 1 $см^3$ исследуемых молока или сливок и 0,6 $см^3$ раствора с концентрацией аммиака 3 моль/$дм^3$ (перемешивание выполняют после каждой добавки), фильтруют и выдерживают 60 мин при температуре (20 ± 5) °С.

Во избежание попадания в содержимое пробирок постороннего фенола пробирки типа П2 закрывают фольгой, перемешивание выполняется 2-кратным переворачиванием пробирок на 180° и возвращением их в исходное положение.

4.6. Оценка результатов

При полной инактивации кислой фосфатазы в молоке или сливках окраска опытных проб не отличается от окраски контрольных проб. Следовательно, молоко и сливки подвергались пастеризации при температуре 85 °С с выдержкой не менее 30 мин, 90 °С с выдержкой не менее 5 мин и кипячению; сливки подвергались термической обработке при температуре 103 °С с выдержкой 15—20 с.

В зависимости от активности кислой фосфатазы в молоке и сливках окраска опытных проб изменяет цвет от слабо-розового (но более яркого, чем окраска контрольных проб) до темно-вишневого. Следовательно, наличие активности кислой фосфатазы свидетельствует о несоблюдении режимов термической обработки.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А. П. Патратий; В. А. Серебренникова; Г. А. Ересько, канд. техн. наук; **А. Н. Старчевой,** канд. техн. наук; **Н. Я. Яцюта, Е. К. Жураховская; П. В. Лопата; А. Г. Анацкая; Ю. Я. Свиреденко;** канд. техн. наук; **М. Я. Данилов; Н. И. Кречман; А. И. Гудонис; К. Д. Буткус; В. Б. Сайкаускене,** канд. техн. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.73 № 503

3. ВЗАМЕН ГОСТ 3623—56

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	4.3	ГОСТ 10929—76	2.2, 2.7
ГОСТ 745—79	4.3	ГОСТ 11773—76	2.2
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.2, 4.3	ГОСТ 12026—76	4.3
ГОСТ 3652—69	2.2	ГОСТ 13928—84	1.1
ГОСТ 3760—79	3.2, 3.7, 4.3	ГОСТ 19881—74	4.3
ГОСТ 3773—72	3.2, 3.7	ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 4165—78	3.2, 4.3	ГОСТ 23932—90	2.2, 3.2, 3.7
ГОСТ 4174—77	3.2, 4.3	ГОСТ 24104—88	4.3
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 25336—82	2.7, 3.2, 4.3
ГОСТ 4232—74	2.7	ГОСТ 26809—86	1.1
ГОСТ 4328—77	3.2, 4.3	ГОСТ 27987—88	4.3
ГОСТ 6709—72	2.2, 2.7, 3.2, 3.7, 4.3	ГОСТ 29169—91	2.2, 3.2, 3.7, 4.3
ГОСТ 7699—78	2.7	ГОСТ 29251—91	4.3
ГОСТ 9147—80	3.2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ (апрель 2003 г.) с Изменениями № 2, 3, 4, 5, утвержденными в октябре 1978 г., августе 1980 г., июне 1982 г., сентябре 1989 г. (ИУС 11—78, 10—80, 9—82, 1—90)

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 29.05.2003. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 115 экз.
С 10779. Зак. 483.

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

gost.e-ecolog.ru