

**Продукты молочные для детского питания**  
**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САХАРОЗЫ**

Издание официальное

БЗ 4—98/714

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
Минск

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ВНИМИ) и Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 186 «Молоко и молочные продукты»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15—99 от 28 мая 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 23 сентября 1999 г. № 309-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30648.7—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 октября 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

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

II

## Продукты молочные для детского питания

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САХАРОЗЫ

Infant milk products.  
Methods for determination of sucrose

Дата введения 2000—10—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на молочные продукты для детского питания жидкие и сухие, в состав которых входит сахароза, и устанавливает поляриметрический и йодометрический методы определения массовой доли сахарозы.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 22—94 Сахар-рафинад. Технические условия  
 ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия  
 ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия  
 ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия  
 ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия  
 ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия  
 ГОСТ 3309—84 Часы настольные и настенные балансовые механические. Общие технические условия  
 ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия  
 ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернистая 5-водная. Технические условия  
 ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия  
 ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия  
 ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия  
 ГОСТ 4220—75 Калий двухромовокислый. Технические условия  
 ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия  
 ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия  
 ГОСТ 4457—74 Калий бромноватокислый. Технические условия  
 ГОСТ 4462—78 Кобальт (II) сернистый 7-водный. Технические условия  
 ГОСТ 5823—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия  
 ГОСТ 5833—75 Сахароза. Технические условия  
 ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия  
 ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия  
 ГОСТ 10733—79 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия  
 ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия  
 ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия  
 ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры  
 ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

Издание официальное

1

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

### 3 Отбор и подготовка проб

Отбор проб и подготовка их к измерениям — по ГОСТ 26809.

### 4 Поляриметрический метод

Сущность метода заключается в разрушении всех сахаров, кроме сахарозы, при кипячении со щелочным буферным раствором и поляриметрическом измерении угла поляризации с последующим расчетом массовой доли сахарозы.

#### 4.1 Аппаратура, реактивы и материалы

Сахариметр\* [1].

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го и 4-го классов с наибольшими пределами взвешивания 200 г и 500 г соответственно.

pH-метр с диапазоном измерения, включающим pH-13, ценой деления шкалы не более 0,05 pH.

Часы наручные механические по ГОСТ 10733, 2-го класса точности, 4-й группы.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 до 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С.

Бани водяные, обеспечивающие поддержание температуры 0—100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Стаканы по ГОСТ 25336 В-1-100 ТС, Н-1-100 ТС.

Колбы по ГОСТ 25336 Кн-1-250 ТС, КН-2-250 ТС.

Пипетки по ГОСТ 29227 2-го типа, исполнения 1 или 2, 2-го класса точности, вместимостью 5 и 25 см<sup>3</sup>.

Бюретки по ГОСТ 29251 1-1-2-25-0,1.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 исполнения 1, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 100, 200, 1000 см<sup>3</sup>.

Воронки по ГОСТ 25336 В-36-50 ХС, В-75-110 ХС, ВС-100-150 ХС.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, ч. д. а.; водный раствор массовой концентрации 300 г/дм<sup>3</sup>.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х. ч. или ч. д. а.; водный раствор массовой концентрации 150 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. или ч. д. а.

Натрия гидроксид, стандарт-титр [2] или натрия гидроксид по ГОСТ 4328; х. ч. или ч. д. а.; водные растворы молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> и  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Натрий тетраборнокислый десятиводный по ГОСТ 4199, х. ч.

Калий бромоватовокислый по ГОСТ 4457, х. ч.; водный раствор молярной концентрации  $c(\text{KBrO}_3) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup>.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Натрий серноватистокислый 5-водный по ГОСТ 27068, х. ч.; раствор молярной концентрации  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.; водный раствор молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 4$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кальций хлористый прокаленный по ГОСТ 450.

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

\* Сахариметр с диапазоном измерений в международных сахарных градусах при длине волны 589,3 нм, °S, от минус 40 до плюс 120 ценой деления отчетного устройства, °S, не более 0,05; с пределом допускаемой основной погрешности, °S, ± 0,05.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

#### 4.2 Подготовка к проведению измерений

##### 4.2.1 Приготовление водного раствора уксуснокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм<sup>3</sup>

300 г уксуснокислого цинка взвешивают с отсчетом показаний до 0,1 г и растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.

##### 4.2.2 Приготовление водного раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм<sup>3</sup>

150 г железистосинеродистого калия взвешивают с отсчетом показаний до 0,1 г и растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.

##### 4.2.3 Приготовление водных растворов гидроокиси натрия молярных концентраций $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ и $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$

При приготовлении водных растворов из стандарт-титров в каждую мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и 100 см<sup>3</sup> количественно переносят содержимое одной ампулы с помощью дистиллированной воды. Объемы растворов доводят водой до метки и перемешивают.

При приготовлении водных растворов из реактива в мерные колбы вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и 100 см<sup>3</sup> вносят по 4,00 г гидроокиси натрия, взвешенного с отсчетом показаний до 0,005 г, растворяют в дистиллированной воде и доводят объемы растворов до меток.

##### 4.2.4 Приготовление буферного раствора

Для разрушения содержащейся в пробе лактозы используют буферный раствор, составленный из 40 см<sup>3</sup> водного раствора тетрагидробората натрия массовой концентрации 19,07 г/дм<sup>3</sup>, 60 см<sup>3</sup> водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и 16 см<sup>3</sup> водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1,0 моль/дм<sup>3</sup>. Активная кислотность буферного раствора должна быть 13,1—13,5 рН.

##### 4.2.5 Приготовление водного раствора бромноватокислого калия молярной концентрации $c(\text{KBrO}_3) = 0,2 \text{ моль/дм}^3$

###### 4.2.5.1 Приготовление раствора из фиксаля

Содержимое одной ампулы фиксаля переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят объем дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в плотно закупоренной бутылке, не допуская резких колебаний температуры. Проверяют титр по раствору тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> по 4.2.5.3.

###### 4.2.5.2 Приготовление раствора из реактива

5,57 бромноватокислого калия, предварительно высушенного при 150 °С и взвешенного с отсчетом показаний до 0,005 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем водой до метки. Проверяют титр по раствору тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> по 4.2.5.3.

###### 4.2.5.3 Установление титра бромноватокислого калия

В коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> с притертой пробкой отмеряют 25 см<sup>3</sup> приготовленного раствора бромноватокислого калия, прибавляют 2,0 г йодистого калия и 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup>.

После перехода окраски титруемого раствора из бурой в желтоватую добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Проводят контрольный опыт, используя 25 см<sup>3</sup> воды вместо раствора бромноватокислого калия. Если после добавления крахмала раствор окрашивается в синий цвет, его титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> до обесцвечивания. Коэффициент поправки  $K$  на исходную концентрацию бромноватокислого калия рассчитывают по формуле

$$K = \frac{V - V_1}{V_2}, \quad (1)$$

где  $V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на контрольный опыт, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора бромноватокислого калия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>.

4.2.6 *Приготовление водного раствора соляной кислоты молярной концентрации  $c$  ( $HCl$ ) = 4 моль/дм<sup>3</sup>*

64 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты (плотностью 1190 кг/м<sup>3</sup>) помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доливают дистиллированной воды, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и доводят объем раствора водой до метки.

4.2.7 *Приготовление водного раствора двухромовокислого калия молярной концентрации  $c$  ( $K_2Cr_2O_7$ ) = 0,017 моль/дм<sup>3</sup>*

4,9038 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 100 °С, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют и доводят водой объем раствора до метки. Допускается приготовление раствора с использованием соответствующего стандартного раствора.

4.2.8 *Приготовление водного раствора тиосульфата натрия молярной концентрации  $c$  ( $Na_2S_2O_3 \times 5H_2O$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>*

24,8 г тиосульфата натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, прибавляют 0,2 г безводного углекислого натрия и доводят объем раствора водой до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют дистиллированную свежeproкипяченную воду. Охлаждают воду в колбе, закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками прокаленного или гранулированного хлористого кальция.

Титр раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом. В коническую колбу вместимостью 500 или 750 см<sup>3</sup> вносят 1—2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1 : 5 по объему, и 20 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия. Закрыв колбу пробкой, содержимое тщательно перемешивают, дают раствору постоять 5 мин, затем титруют раствором тиосульфата натрия, приливая его из бюретки постепенно, все время перемешивая жидкость. Когда коричневый цвет раствора перейдет в желтовато-зеленый, добавляют в колбу 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и для более четкого определения окончания титрования 250—300 см<sup>3</sup> воды. Титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого.

Отношение объема раствора двухромовокислого калия к объему раствора тиосульфата натрия, в кубических сантиметрах, израсходованного на титрование, является поправкой к титру раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

4.2.9 *Подготовка пробы сухого продукта*

В стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают пробу сухого продукта, взвешенную с отсчетом показаний до 0,005 г, а затем небольшими порциями добавляют дистиллированную воду, нагретую до (45 ± 2) °С. Отношение массы пробы к массе воды должно соответствовать требованиям нормативного документа на конкретный продукт.

Продукт тщательно растирают стеклянной палочкой до получения однородной массы или используют магнитную мешалку в течение 5 мин.

4.3 *Проведение измерений*

4.3.1 *Приготовление фильтрата*

Взвешивают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> (26,00 ± 0,01) г жидкого или восстановленного сухого продукта. Пробу тщательно перемешивают стеклянной палочкой с примерно равным объемом дистиллированной воды температурой (45 ± 2) °С и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, смывая стакан несколько раз водой. Для смыва используют не более 100 см<sup>3</sup> воды (т. е. половину объема колбы).

Колбу с пробой охлаждают до (20 ± 2) °С и прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого цинка и 5 см<sup>3</sup> железистосинеродистого калия.

После добавления каждого раствора содержимое колбы осторожно перемешивают во избежание образования пузырьков. Содержимое колбы доводят водой до метки, тщательно перемешивают и спустя 10 мин раствор фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу.

4.3.2 25 см<sup>3</sup> фильтрата вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют в колбу 25 см<sup>3</sup> буферного раствора и выдерживают колбу в кипящей водяной бане 4—5 мин, постоянно перемешивая. Затем колбу с раствором тотчас охлаждают в проточной воде до (20 ± 2) °С и добавляют 3 см<sup>3</sup> концентрированной уксусной кислоты. В колбу доливают до метки дистиллированную воду, тщательно перемешивают и фильтруют раствор через сухой складчатый фильтр.

4.3.3 *Фильтрат поляризуют без светофильтра в поляриметрической кювете длиной 400 мм.*

Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по 3—5 отсчетов по шкале сахариметра. Среднее арифметическое значение показаний шкалы сахариметра  $P$  находят из 6—10 отсчетов.

#### 4.3.4 Определение поправки на объем осадка

В процессе получения осветленного фильтрата по 4.3.1 после добавления уксуснокислого цинка и железистосинеродистого калия в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 50 см<sup>3</sup> раствора бромноватокислого калия молярной концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup>. Далее поступают так, как указано в 4.3.1.

25 см<sup>3</sup> полученного фильтрата пипеткой вносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 0,6 г йодистого калия и 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты молярной концентрации 4 моль/дм<sup>3</sup>. Перемешивают и титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. После перехода окраски титруемого раствора из бурой в желтоватую прибавляют в колбу 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Поправку  $K_1$  на объем осадка для данного вида продукта рассчитывают до третьего десятичного знака по формуле

$$K_1 = \frac{12,5}{V_3}, \quad (2)$$

где 12,5 — теоретический объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, необходимый для титрования бромноватокислого калия, оставшегося в фильтрате, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора тиосульфата натрия, фактически израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Для определения поправки  $K_1$  проводят 3—5 параллельных измерений с расчетом до четвертого десятичного знака и вычисляют среднее арифметическое значение, округляя его до третьего десятичного знака. При этом расхождение между наибольшим и наименьшим значением результатов параллельных измерений не должно быть более 0,100.

#### 4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю сахарозы  $X$ , %, в жидком или восстановленном сухом продукте рассчитывают по формуле

$$X = 4 - P \cdot K_1, \quad (3)$$

где  $P$  — показание сахариметра, %;

$K_1$  — поправка на объем осадка для данного вида продукта по 4.3.4;

4 — коэффициент для пересчета показаний сахариметра в массовую долю сахарозы.

4.4.2 Массовую долю сахарозы в сухом продукте  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot \frac{m + m_1}{m}, \quad (4)$$

где  $X$  — массовая доля сахарозы в восстановленном сухом продукте, %;

$m$  — масса сухого продукта, взятого для восстановления, в соответствии с 4.2.9, г;

$m_1$  — масса воды, добавленной для восстановления сухого продукта, в соответствии с 4.2.9, г.

4.4.3 За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

Сходимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) не должна превышать 0,2 %.

Воспроизводимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 1,0 %.

Абсолютная погрешность измерений  $\pm 0,5$  % при вероятности  $P = 0,95$ .

## 5 Йодометрический метод

Сущность метода заключается в окислении редуцирующих сахаров, содержащих альдегидную группу (глюкоза, мальтоза, лактоза), йодом в щелочной среде. Массовую долю сахарозы определяют по разности между массой йода, израсходованной на окисление редуцирующих сахаров до и после инверсии сахарозы.

### 5.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го и 4-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 500 г соответственно.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения 0—100 °С, ценой деления шкалы 1 °С.

Часы механические настольные по ГОСТ 3309 2-го класса точности.

Бани водяные термостатируемые, позволяющие поддерживать температуру от 0 до 100 °С с погрешностью  $\pm 2$  °С.

Мешалка магнитная, обеспечивающая частоту вращения не менее 600 мин<sup>-1</sup>.

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

Цилиндры по ГОСТ 1770 1-10-2, 3-50-2, 3-100-2.

Пипетки по ГОСТ 29227 типа использования 1 или 2, 2-го класса точности, вместимостью 1, 5, 10, 25 см<sup>3</sup>.

Бюретки по ГОСТ 29251 1-1-2-50-0,1.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2.

Колбы по ГОСТ 25336 Кн-2-250, Кн-2-500, Кн-2-750 ТС.

Воронки по ГОСТ 25336 В-36-80, В-75-80 ХС.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204 плотностью 1840 кг/м<sup>3</sup> или прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 450, или свежесушенным силикагелем, обработанным сульфатом кобальта по ГОСТ 4462.

Палочки стеклянные оплавленные длиной 10 см.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а.; водные растворы молярной концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> и  $c$  (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Медь сернистая по ГОСТ 4165, х. ч. или ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.; водный раствор молярной концентрации  $c$  (HCl) = 7,3 моль/дм<sup>3</sup> и  $c$  (HCl) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup> и раствор, разбавленный дистиллированной водой в соотношении кислоты и воды 1 : 5 по объему.

Йод металлический по ГОСТ 4159, ч. д. а.; водный раствор молярной концентрации  $c$  (I<sub>2</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.; водный раствор молярной концентрации  $c$  (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) = 0,017 моль/дм<sup>3</sup>.

Метиловый оранжевый (индикатор) [3]; водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Сахароза по ГОСТ 5833, ч. д. а. или сахар-рафинад по ГОСТ 22.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

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

Кальций хлористый 2-водный [4].

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068, х. ч.; водный раствор молярной концентрации  $c$  (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> × 5H<sub>2</sub>O) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

## 5.2 Подготовка к проведению измерений

### 5.2.1 Приготовление водного раствора сернистой меди

69,3 г перекристаллизованной сернистой меди, не содержащей железа, взвешивают и растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

5.2.2 *Приготовление водного раствора соляной кислоты для инверсии молярной концентрации  $c$  (HCl) = 7,3 моль/дм<sup>3</sup>*

К 120 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1190 кг/м<sup>3</sup> добавляют 80 см<sup>3</sup> воды.

5.2.3 *Приготовление водного раствора йода молярной концентрации  $c$  (I<sub>2</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>*

12,7 г мелко растертого йода переносят в химический стакан вместимостью 100 или 150 см<sup>3</sup>, прибавляют 20—25 г йодистого калия и 25 см<sup>3</sup> воды. Смесь перемешивают время от времени для ускорения растворения. Когда йод полностью растворится, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, ополаскивают стакан водой, и доводят объем его до метки, после этого содержимое колбы хорошо перемешивают.

5.2.4 *Приготовление водного раствора тиосульфата натрия молярной концентрации  $c$  (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> × 5H<sub>2</sub>O) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>*

Раствор тиосульфата натрия приготавливают, как указано в 4.2.8.



Титр раствора тиосульфата натрия  $X_2$ , г/см<sup>3</sup>, в пересчете на сахарозу, рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{0,0171 \cdot 20}{V_4}, \quad (5)$$

где 0,0171 — массовая концентрация сахарозы, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г/см<sup>3</sup>;

20 — объем раствора двуххромовокислого калия, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 20 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия, см<sup>3</sup>.

#### 5.2.5 Подготовка сахара-рафинада

Вместо сахарозы допускается применять сахар-рафинад, предварительно высушенный в эксикаторе над концентрированной серной кислотой или прокаленным хлористым кальцием в течение 3 сут. Высушенный сахар-рафинад содержит не менее 99,9 % сахарозы.

### 5.3 Проведение измерений

#### 5.3.1 Подготовка фильтрата жидких молочных продуктов

В химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают (5,00 ± 0,01) г продукта массовой долей сахарозы 10 % и более или (10,00 ± 0,01) г продукта массовой долей сахарозы менее 10 %. В стакан с продуктом прибавляют 25 см<sup>3</sup> воды температурой (20 ± 2) °С, содержимое стакана тщательно перемешивают оплавленной стеклянной палочкой и количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Общий объем жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до половины объема мерной колбы. Колбу закрывают пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают.

В колбу вносят 10 см<sup>3</sup> раствора сернистой меди по 5.2.1, хорошо перемешивают и дают отстояться 1 мин. Затем добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>, содержимое колбы вновь тщательно перемешивают круговыми движениями, не взбалтывая, чтобы в осадок не попал воздух, и оставляют в покое на 5 мин. После появления над осадком прозрачного слоя жидкости, что указывает на полноту осаждения, колбу доливают водой до метки, содержимое сильно взбалтывают и оставляют в покое на 20—30 мин. Затем жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Первые 25—30 см<sup>3</sup> фильтрата отбрасывают.

#### 5.3.2 Подготовка фильтрата сухих молочных продуктов

В химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают (5,00 ± 0,01) г сухих молочных продуктов. Добавляют постепенно небольшими порциями 10 см<sup>3</sup> воды температурой 70—75 °С, растирая смесь стеклянной палочкой до получения однородной массы или используя магнитную мешалку в течение 5 мин. Содержимое переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смывая стакан водой температурой (20 ± 2) °С. Общее количество жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до половины объема колбы. Прибавляют в колбу 10 см<sup>3</sup> раствора сернистой меди по 5.2.1. Далее фильтрат готовят, как указано в 5.3.1 в соответствии с методикой приготовления фильтрата жидких молочных продуктов.

#### 5.3.3 Определение редуцирующей способности фильтрата до инверсии

5.3.3.1 В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают пипеткой 25 см<sup>3</sup> фильтрата, приготовленного, как указано в 5.3.1 или 5.3.2, и 25 см<sup>3</sup> раствора йода по 5.2.3. Смесь перемешивают и затем медленно приливают из бюретки 37,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> при постоянном перемешивании содержимого колбы. Закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте на 20 мин при (20 ± 2) °С.

5.3.3.2 Через 20 мин в колбу приливают 8 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, приливая его медленно при постоянном перемешивании, до светло-желтой окраски раствора. Затем добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетовой окраски.

#### 5.3.4 Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии

25 см<sup>3</sup> фильтрата, приготовленного, как указано в 5.3.1 или 5.3.2, вносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и, неплотно закрыв колбу пробкой с пропущенным в нее термометром так, чтобы ртутный шарик находился в жидкости, нагревают колбу на водяной бане до 65—70 °С.

Приоткрыв пробку, приливают в колбу пипеткой 2,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты молярной концентрации 7,3 моль/дм<sup>3</sup> для инверсии и перемешивают содержимое круговыми движениями. Колбу выдерживают в водяной бане при той же температуре 10 мин, при частом помешивании круговыми

движениями в течение первых 3 мин. Не вынимая термометра, колбу быстро охлаждают до 20 °С под струей воды.

Затем в колбу добавляют 1 каплю раствора метилового оранжевого, при непрерывном тщательном помешивании круговыми движениями медленно приливают раствор гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> до слабокислой реакции, при которой окраска раствора переходит из розовой в желтовато-оранжевую. В начале нейтрализации термометр вынимают из колбы, и, ополоснув его кончик первыми порциями раствора гидроксида натрия, помешают в ту же колбу.

К нейтрализованному раствору приливают 25 см<sup>3</sup> раствора йода, затем медленно приливают, при постоянном помешивании, 37,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте на 10 мин при (20 ± 2) °С. Далее определение проводят, как указано в 5.3.3.2. Конец титрования устанавливают по переходу окраски из сине-фиолетовой в бледно-розовую.

#### 5.4 Обработка результатов

Массовую долю сахарозы  $X_3$ , %, рассчитывают по формуле

$$X_3 = \frac{(V_5 - V_6) \cdot T \cdot 0,99 \cdot 100}{m_2}, \quad (6)$$

где  $V_5$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование до инверсии, см<sup>3</sup>;

$V_6$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование после инверсии, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в сахарозе, г/см<sup>3</sup>;

0,99 — эмпирический коэффициент (поправка на реакцию фруктозы с йодом);

$m_2$  — масса продукта, соответствующая 25 см<sup>3</sup> фильтрата, взятая для титрования и равная 0,5 г или 1,0 г при исходной массе пробы 5 г или 10 г, соответственно по 5.3.1. и 5.3.2, г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли сахарозы в проценты.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

Сходимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) не должна превышать 0,3 %.

Воспроизводимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать 3,0 %.

Абсолютная погрешность измерений ± 1,5 % при вероятности  $P = 0,95$ .

#### 5.5. Проведение контрольного измерения (для проверки концентрации приготовленных растворов)

В химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 43,5 г сахарозы, растворяют в цельном молоке и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки молоком. Раствор перемешивают круговыми движениями до полного растворения сахарозы. Такой раствор соответствует 100 г сгущенного молока массовой долей сахарозы 43,5 %, разведенного водой до 250 см<sup>3</sup>.

Далее измерения проводят так, как указано в 5.3. Если в контрольном растворе рассчитанное по 5.4 значение массовой доли сахарозы не превышает (43,5 ± 0,3) %, то вносят соответствующую поправку в результаты расчета. Если значение массовой доли сахарозы превышает (43,5 ± 0,3) %, то растворы заменяют.

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(справочное)**Библиография**

- [1] ТУ 25-05.ЭД12417–78 Сахариметр универсальный СУ-4
- [2] ТУ 6-09-2540-87 Стандарт-титры (фиксаналы, нормалозы)
- [3] ТУ 6-09-5171–84 Метилловый оранжевый, индикатор
- [4] ТУ 6-09-5077–87 Реактивы. Кальций хлористый 2-водный для мясной и молочной промышленности, ч.

Ключевые слова: молочные продукты для детского питания жидкие и сухие; поляриметрический метод, сахариметр, йодометрический метод, массовая доля сахарозы

Редактор *Т.П. Шашина*  
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*  
Корректор *М.С. Кабатова*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.09.99. Подписано в печать 25.10.99. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 402 экз. С 3857. Зак. 886.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102