

**КОНСЕРВЫ
МОЛОЧНЫЕ СГУЩЕННЫЕ
И ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ СУХИЕ**

**Методика выполнения измерений массовой доли
сахарозы (поляриметрический метод)**

Издание официальное

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск**

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности

Представлен Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации — 186 "Молоко и молочные продукты"

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8—95 от 12 октября 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации 11 апреля 1996 г. № 276 ГОСТ 30305.2—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с датой введения с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 8764—73 (в части 9.11—9.16)

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ СГУЩЕННЫЕ И ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ СУХИЕ

Методика выполнения измерений массовой доли сахарозы (поляриметрический метод)

Sweetened condensed preserved and dry milk products,
Procedure of measurement of saccharose content

Дата введения 1997—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сгущенные молочные консервы с сахаром и сухие смеси для мороженого и устанавливает методику выполнения измерений массовой доли сахарозы поляриметрическим методом.

Метод основан на разрушении лактозы под воздействием температуры в щелочной среде и последующем поляриметрическом измерении угла вращения сахарозой.

Методика является арбитражной.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
- ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроксид. Технические условия
- ГОСТ 5823—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. 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
- ГОСТ 27887—88 Материалы текстильные. Ткань смежная из вискозных волокон. Технические требования и методы испытаний
- ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
- ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
- Поляриметр (сахариметр) по НД [1]
- Натрия гидроксид. Стандарт-титр по НД [2]
- Стандарт СЭВ 543—77 Числа. Правила записи и округления

3 Методы отбора проб

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

Издание официальное

1

82

4 Аппаратура, материалы и реактивы

- Поляриметр (сахариметр) с сахарной шкалой типа СУ-4 по НД [1]
 Анализатор потенциометрический с диапазоном измерения 4 — 14 ед.рН с ценой деления 0,05 ед.рН.
 Весы лабораторные общего назначения, 4-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г по ГОСТ 24104.
 Термометр жидкостной с диапазоном измерения 0 — 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.
 Баня водяная с обогревом, позволяющая поддерживать температуру 0 — 100 °С, с погрешностью ± 2 °С.
 Мензурки вместимостью 100, 150 см³ по ГОСТ 25336.
 Цилиндры исполнения 1, вместимостью 25, 100 см³ по ГОСТ 1770.
 Пипетки исполнения 6 и 7, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 5, 25 см³ по ГОСТ 29227.
 Колбы мерные исполнения 1, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 100, 200, 1000 см³ по ГОСТ 1770.
 Воронки стеклянные лабораторные, диаметром 75 мм по ГОСТ 25336.
 Палочки стеклянные оплавленные длиной 10—15 см.
 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
 Цинк уксуснокислый, ч.д.а. по ГОСТ 5823, раствор концентрации 300 г/дм³.
 Калия гексацианоферрат (II) (желтая кровяная соль), х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4207, раствор концентрации 150 г/дм³.
 Уксусная кислота, х.ч. по ГОСТ 61.
 Натрия тетраборат, ч.д.а. по ГОСТ 4199.
 Натрия гидроокись, х.ч. по ГОСТ 4328.
 Натрия гидроокись, стандарт-титр, по НД [2]
 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 Подготовка к выполнению измерений

5.1 Приготовление реактивов

Приготовление растворов реактивов проводят в соответствии с таблицей 1, доводя объем каждого раствора водой до метки.

Таблица 1

Наименование раствора	Наименование реактива	Масса навески, г	Вместимость колбы, см ³
Уксуснокислый цинк	Цинк уксуснокислый	300,0 \pm 0,1	1000
Гексацианоферрат калия	Калия гексацианоферрат (II)	150,0 \pm 0,1	1000
Тетраборат натрия	Натрия тетраборат	19,07 \pm 0,01	1000
Гидроокись натрия: 1,0 моль/дм ³ (1Н) раствор 0,1 моль/дм ³ (0,1Н) раствор	Натрия гидроокись Натрия гидроокись, стандарт-титр	40,0 \pm 0,1 Фиксанал	1000 1000

5.2 Приготовление буферного раствора

40 см³ раствора тетрабората натрия, 60 см³ 0,1 моль/дм³ и 16 см³ 1,0 моль/дм³ растворов гидроокиси натрия смешивают и определяют рН буферного раствора, которое должно соответствовать 13,1—13,5. Срок хранения раствора — не более 3 мес.

5.3 Приготовление проб сухих смесей для мороженого

Приготовление проб проводят для двух параллельных измерений. В мензурку вместимостью 100 см³ взвешивают сухую смесь для мороженого в граммах с отсчетом результата до 0,01:

48,0 — пломбира «Домашнего»;

- 37,0 — сливочного, сливочно-белкового, сливочно-кофейного;
- 38,0 — сливочно-шоколадного;
- 32,0 — молочного.

Примечание — Массу пробы для восстановления других сухих молочных продуктов указывают в нормативной документации на конкретный вид продукта.

Пробу растворяют маленькими порциями воды температурой $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$, тщательно растирая комочки стеклянной палочкой, доводят объем смеси водой до 100 см^3 и выдерживают в течение 15—20 мин при температуре $18\text{—}25^\circ\text{C}$.

6 Проведение измерений

Проводят параллельно два измерения.

В стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают $(26,00 \pm 0,01)$ г сгущенных молочных консервов с сахаром или восстановленных по 5.3 сухих смесей для мороженого. Пробу сгущенных продуктов тщательно размешивают стеклянной палочкой с $20\text{—}30\text{ см}^3$ воды температурой $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$. Восстановленную или разведенную водой пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , при этом используемый объем воды должен составлять не более 100 см^3 (т.е. половину объема колбы).

Колбу с навеской охлаждают до температуры $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$, вносят в нее 5 см^3 раствора уксуснокислого цинка и 5 см^3 раствора гексацианоферрата (II) калия, перемешивая круговыми движениями после внесения каждого раствора, не допуская образования пузырьков. Выдерживают 10 мин, доводят объем водой до метки и фильтруют через бумажный складчатый фильтр в другую колбу. Отбирают пипеткой 25 см^3 фильтрата и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Вносят в фильтрат 25 см^3 буферного раствора и выдерживают содержимое на кипящей водяной бане в течение 4—5 мин, постоянно перемешивая круговыми движениями. Далее колбу охлаждают до температуры $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$, вносят 3 см^3 концентрированной уксусной кислоты и доводят объем до метки водой, перемешивая круговыми движениями. Раствор вторично фильтруют через бумажный складчатый фильтр.

Фильтрат поляризуют без светофильтра в поляриметрической кювете длиной 400 мм. Проводят 3—5 отсчетов по шкале поляриметра. Кювету вновь заполняют раствором и проводят измерения.

Среднее арифметическое значение показаний шкалы поляриметра (P) определяют из 6—10 отсчетов.

7 Обработка результатов измерений

7.1 Вычисление результатов измерений

Массовую долю сахарозы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 5 \cdot P \cdot K,$$

где 5 — коэффициент перевода градуса поляриметра в массовую долю сахарозы в процентах $\left(\frac{\%}{\text{градус}}\right)$;

P — показание поляриметра, градус поляриметра;

K — поправка на объем осадка $\left(\frac{\text{см}^3}{\text{см}^3}\right)$.

Ниже приведены поправки для сгущенных молочных консервов и сухих смесей для мороженого:

- 0,978 — молоко цельное сгущенное с сахаром;
- 0,985 — молоко сгущенное с сахаром 5%-ной жирности;
- 0,992 — молоко нежирное сгущенное с сахаром;
- 0,979 — кофе или какао со сгущенным молоком и сахаром;
- 0,957 — сливки сгущенные с сахаром;
- 0,959 — кофе со сгущенными сливками и сахаром;
- 0,962 — какао со сгущенными сливками и сахаром;
- 0,968 — сухая смесь для пломбира "Домашнего";
- 0,988 — сухая смесь для сливочного мороженого;
- 0,984 — сухая смесь для сливочно-белкового мороженого;
- 0,981 — сухая смесь для сливочно-шоколадного и сливочно-кофейного мороженого;
- 0,990 — сухая смесь для молочного мороженого.

Примечание — Поправки на объем осадка (K) для других продуктов должны быть указаны в нормативной документации на конкретные продукты. При отсутствии поправки (K) в нормативной документации массовую долю сахарозы измеряют другими стандартизованными методиками.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до второго десятичного знака. Округление результата измерения проводят в соответствии с требованиями стандарта СЭВ 543.

Расхождение между результатами двух параллельных измерений массовой доли сахарозы не должно превышать 0,10 %.

Расхождение между результатами измерений массовой доли сахарозы, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 0,50 %.

Абсолютная погрешность измерения массовой доли сахарозы находится в интервале с границами $\pm 0,25$ % при вероятности $P = 0,95$.

В случае измерения показателя в двух лабораториях разными методиками расхождение между результатами не должно превышать суммы абсолютных значений границ интервала абсолютных погрешностей методик.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

Библиография

- [1] ТУ 25—05—2417—78 Поляриметр (сахариметр)
- [2] ТУ 6—09—2540—72 Натрия гидроокись. Стандарт-титр

Ключевые слова: сгущенные молочные консервы, сухие смеси для мороженого, сахароза, массовая доля, поляриметрический метод, поляриметр
