

<b>СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ</b>	<b>СТАНДАРТ СЭВ</b>	<b>СТ СЭВ 4229—83</b>
	<b>МОЛОКО СГУЩЕННОЕ С САХАРОМ</b>	
	<b>Методы определения массовой доли общего белка</b>	<b>Группа Н19</b>

### 1. МАКРОМЕТОД

#### 1.1. Сущность метода

Метод заключается в разрушении пробы концентрированной серной кислотой и сернокислым калием в присутствии катализатора — сернокислой меди — последовательном подщелачивании, перегонке, титровании освободившегося аммиака и последующем пересчете результатов на белок.

#### 1.2. Общие положения

1.2.1. Для проведения испытаний применяют реактивы квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

1.2.2. Испытания проводят в помещениях, свободных от паров аммиака.

#### 1.3. Пробы

1.3.1. Техника отбора проб — по СТ СЭВ 1745—79,

1.3.2. Подготовка проб — по СТ СЭВ 823—77.

#### 1.4. Аппаратура

Для проведения испытания применяют:

- 1) весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 g и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,0002 g;
- 2) колбу Кьельдаля вместимостью 500 см<sup>3</sup>;
- 3) мерные цилиндры вместимостью 50 и 100 см<sup>3</sup>;
- 4) аппаратуру для перегонки по Парнас-Вагнеру, колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> или другую аналогичную аппаратуру;
- 5) колбу Эрленмейера вместимостью 200 см<sup>3</sup>;
- 6) бюретку вместимостью 50 см<sup>3</sup> и ценой деления 0,05 см<sup>3</sup> без времени ожидания;
- 7) стакан химический вместимостью 50 см<sup>3</sup>;
- 8) шпатель;
- 9) бутылку для воды, промывалку;
- 10) термометры с диапазоном измерения от 0 до 100 °С с ценой деления шкалы 1 °С;

**Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству  
в области стандартизации  
Прага, июль 1983 г.**

11) аппаратуру для сжигания.

### 1.5. Реактивы и материалы

Для проведения испытания применяют:

1) кислоту серную ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) концентрированную безазотистую  $\rho_{20} = 1840 \text{ kg/m}^3$ .

2) кислоту серную, раствор с  $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$  или кислоту соляную, раствор с  $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ ;

3) медь сернокислую пятиводную ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ );

4) калий сернокислый безводный ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ );

5) кислоту борную ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ), раствор с массовой концентрацией  $40 \text{ g/dm}^3$ ;

6) гидроокись натрия ( $\text{NaOH}$ ) безазотистый, раствор с массовой концентрацией  $330 \text{ g/dm}^3$  (33 %);

7) смешанный индикатор Таширо готовят растворением 2 g метилового красного ( $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_3$ ) и 1 g метиленового голубого ( $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{ClS}$ ) в  $1000 \text{ cm}^3$  этилового спирта (95 %). Раствор хранят в склянках из темного стекла в холодном темном месте. Допускается применять и другие индикаторы аналогичного действия;

8) материал, облегчающий кипение, обезжиренный, непористый, недробящийся при употреблении: стеклянные шарики, кусочки карбида кремния. Применение материала необязательно;

9) сахарозу ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ).

### 1.6. Подготовка к испытанию

1.6.1. Отобранную пробу нагревают до температуры  $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

1.6.2. Проводят согласно п. 1.7 контрольный опыт, применяя вместо сгущенного молока с сахаром  $1,5\text{—}2,0 \text{ cm}^3$  дистиллированной воды или воды аналогичного качества или  $1,5\text{—}2,0 \text{ g}$  сахарозы.

### 1.7. Проведение испытания

1.7.1.  $1,5\text{—}2,0 \text{ g}$  сгущенного молока с сахаром отвешивают в колбу Кьельдаля и прибавляют  $20 \text{ cm}^3$  концентрированной серной кислоты. Добавляют  $10 \text{ g}$  сернокислого калия и  $0,05 \text{ g}$  сернокислой меди, смесь нагревают под вытяжкой сначала над малым пламенем до удаления основного количества воды, затем при температуре  $(360 \pm 20) ^\circ\text{C}$  до тех пор, пока содержимое колбы станет прозрачным и бесцветным или слабо зеленоватым.

1.7.2. Содержимое колбы охлаждают до температуры  $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ , осторожно добавляют  $50 \text{ cm}^3$  воды, перемешивают и количественно переносят в колбу для перегонки при трехкратном дополнительном промывании порциями воды по  $30 \text{ cm}^3$ . Затем проводят подщелачивание  $80 \text{ cm}^3$  раствора гидроокиси натрия. Образовавшийся аммиак отгоняют в потоке водяного пара при хорошем охлаждении.

В качестве приемника применяют колбу Эрленмейера, в кото-



рую наливают 50 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты и 2—3 капли индикатора Таширо и помещают колбу для перегонки под холодильник установки таким образом, чтобы нижний конец холодильника был полностью погружен в жидкость. Перегонка считается законченной, если в течение 30 min содержимое колбы Эрленмейера составит 100 см<sup>3</sup>. За несколько минут до конца перегонки колбу ставят ниже и конец охлаждающей трубки ополаскивают дистиллированной водой. Жидкость в колбе титруют раствором серной или соляной кислоты до изменения окраски в фиолетовую.

Проводят два параллельных определения.

### 1.8. Обработка результатов

1.8.1. Массовую долю азота ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot F \cdot 0,14}{m}, \quad (1)$$

где  $V$  — объем серной кислоты с  $(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$  или соляной кислоты с  $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ , израсходованный на титрование пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем серной кислоты с  $(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$  или соляной кислоты с  $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ , израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;

$F$  — коэффициент серной кислоты с  $(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$  или соляной кислоты, с  $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ , определенный до четвертого десятичного знака, 1 см<sup>3</sup> серной кислоты с  $(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$  или соляной кислоты с  $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ , соответствует 1,4 мг азота;

$m$  — масса навески, г.

1.8.2. Массовую долю белка ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = X_1 \cdot 6,38, \quad (2)$$

где  $X_1$  — массовая доля азота, вычисленная по формуле (1), %;  
6,38 — коэффициент пересчета.

1.8.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,06 % белка. Разница в результатах определений массовой доли белка, проведенных в 2-х лабораториях, не должна превышать 0,12 % белка.

1.9. Настоящий макрометод является арбитражным.

## 2. ПОЛУМИКРОМЕТОД

### 2.1. Сущность метода

Метод заключается в разрушении пробы раствором селена в серной кислоте, последовательном подщелачивании, перегонке, титровании освободившегося аммиака и последующем пересчете результатов на белок.

### 2.2. Общие положения

Общие положения по п. 1.2.

### 2.3. Пробы

2.3.1. Техника отбора проб — по СТ СЭВ 1745—79.

2.3.2. Подготовка проб — по СТ СЭВ 823—77.

### 2.4. Аппаратура

Для проведения испытания применяют:

1) весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 g и допускаемой погрешностью взвешивания не более  $\pm 0,0002$  g;

2) пипетку или дозировочный шприц вместимостью 1 см<sup>3</sup>;

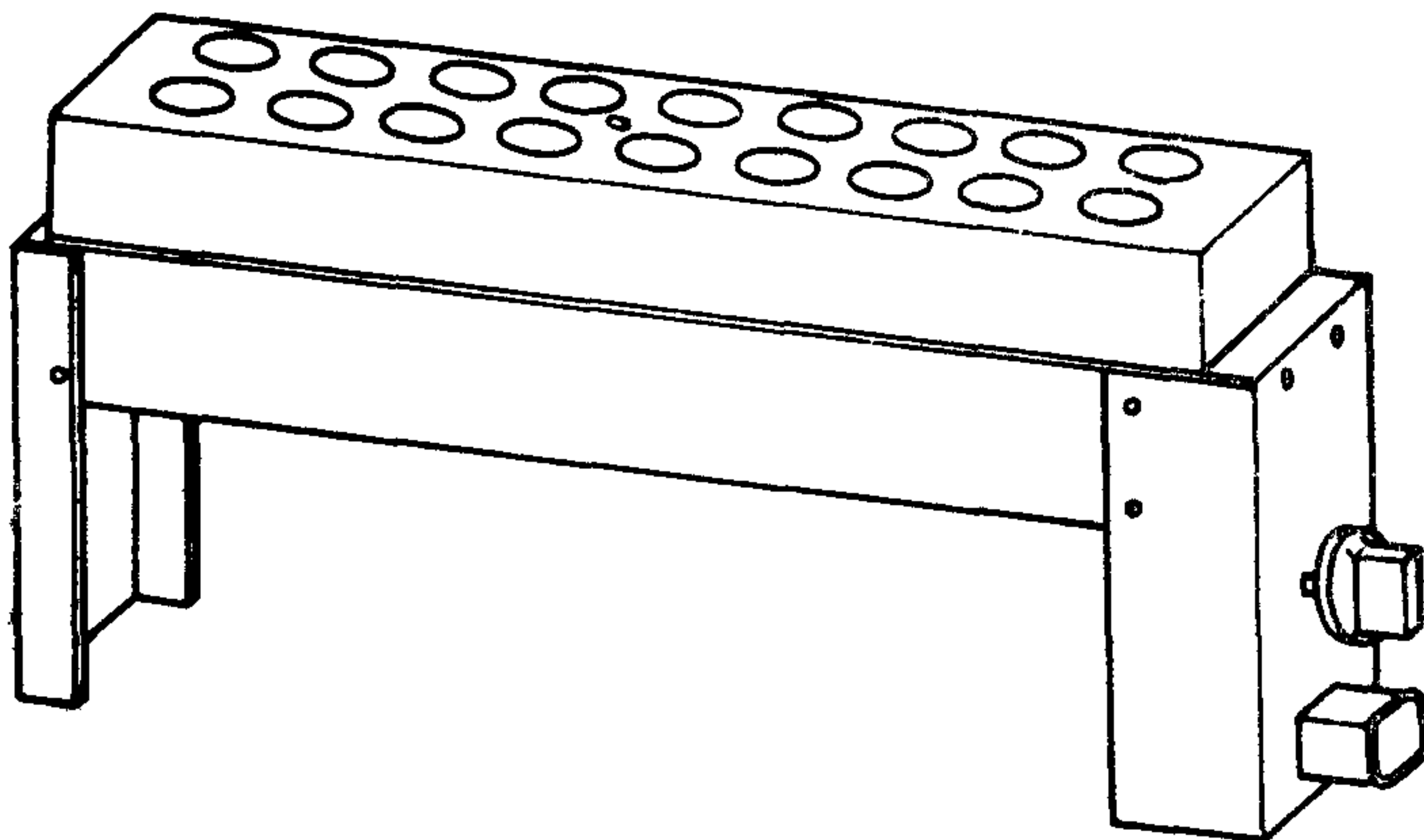
3) бюретку вместимостью 25 см<sup>3</sup> и ценой деления 0,05 см<sup>3</sup> без времени ожидания;

4) полумикроаппаратуру Кьельдаля, состоящую из:

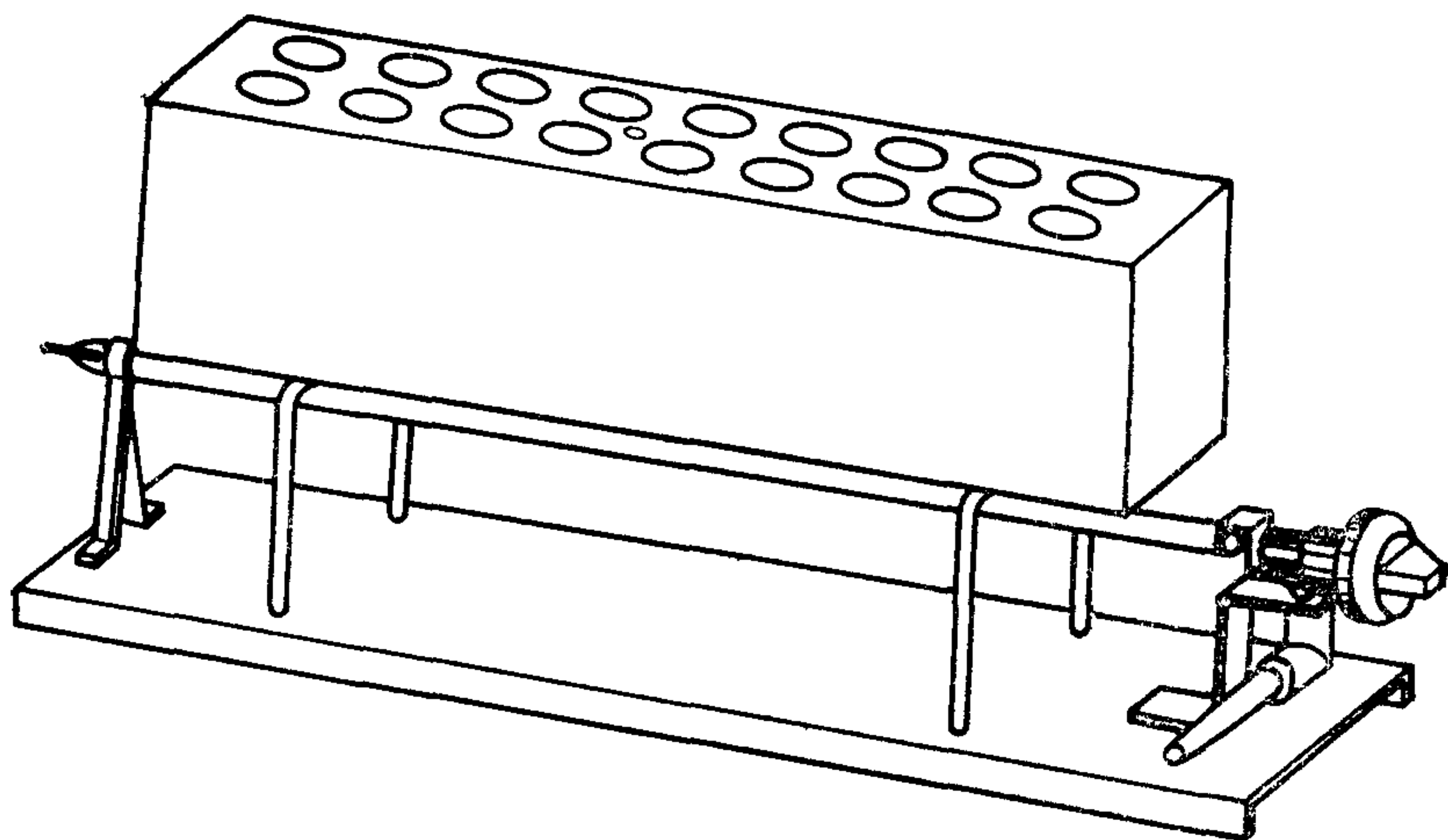
— алюминиевого блока 400×100×90 мм с 18 отверстиями диаметром 33 мм, глубиной 85 до 90 мм, нагреваемого газом или электроэнергией (черт. 1 и 2);

### Трехступенчатый включатель

900 W  
J 200 W  
J 800 W



Черт. 1



Черт. 2

— колб разложения и перегонки по Конраду цилиндрических, длиной 195 мм, диаметром 32 мм, с нормальным шлифом 19, вместимостью 100 см<sup>3</sup>, с дном, выполненным в виде конуса под углом от 108 до 128° (черт. 3);

5) аппаратуру для перегонки;

6) бюретку предохранительную или экспресс-бюретку вместимостью не менее 4 см<sup>3</sup>;

7) воронку;

8) колбу Эрленмейера вместимостью 100 см<sup>3</sup>;

9) цилиндры мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и 100 см<sup>3</sup>;

10) термометры с диапазоном измерения от 0 до 400°C, с ценой деления шкалы 1°C и от 0 до 100°C, с ценой деления шкалы 1°C;

11) стакан химический вместимостью 400 см<sup>3</sup>;

12) шпатель;

13) бутылку для воды, промывалку;

14) реле часовое.

## 2.5. Реактивы и материалы

Для проведения испытания применяют:

1) раствор селена в серной кислоте готовят следующим образом: 5 г селена растворяют в 1000 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты плотностью  $\rho_{20} = 1840 \text{ kg/m}^3$  и нагревают до получения бесцветной жидкости;

2) кислоту серную с  $(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$ ;

3) натрия гидроксид, (NaOH) раствор с массовой концентрацией 330 g/dm<sup>3</sup> (33 %);



4) кислоту борную, ( $H_3BO_3$ ) раствор с массовой концентрацией  $20 \text{ g/dm}^3$  (2 %);

5) индикатор Таширо — смесь из  $100 \text{ cm}^3$  метилового красного раствора  $= 0,3 \text{ g/dm}^3$  (в 70 %-ном спирте) и  $15 \text{ cm}^3$  раствора метиленового голубого (в воде)  $= 1 \text{ g/dm}^3$ . Раствор хранят в склянках из темного стекла в холодном темном месте;

6) тимолфталейн  $1 \text{ g/dm}^3$ , спиртовой раствор, по СТ СЭВ 809—77;

7) сахарозу ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ ).

#### 2.6. Подготовка к испытанию

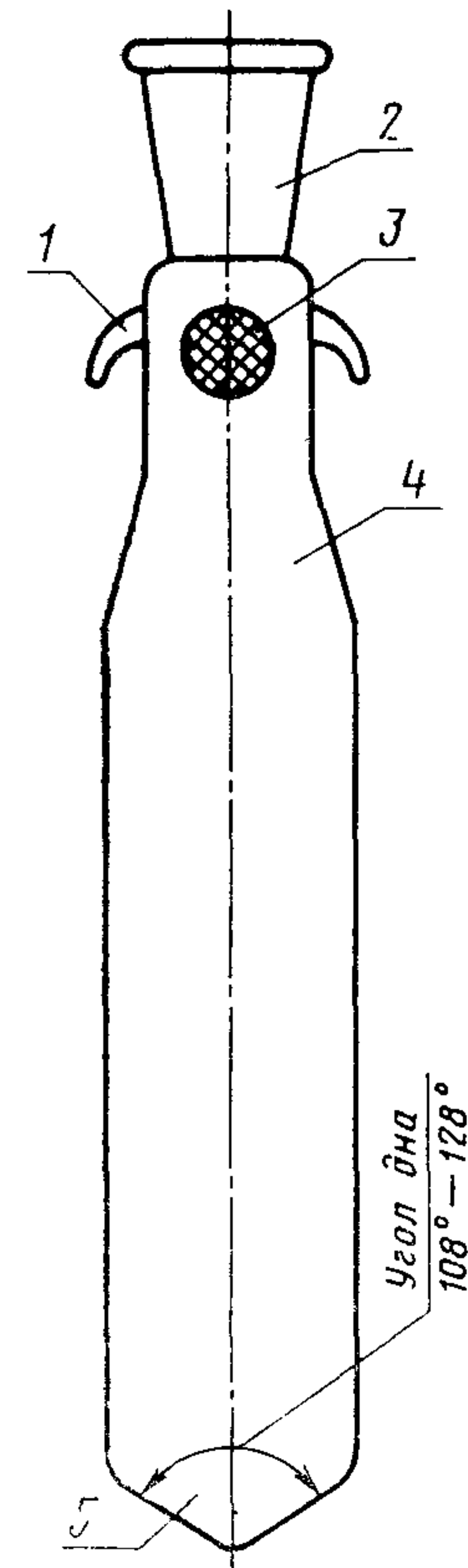
2.6.1. Отобранную пробу нагревают до температуры  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

2.6.2. Проводят контрольный опыт, применяя вместо сгущенного молока с сахаром  $0,5 \text{ cm}^3$  дистиллированной воды или  $0,5 \text{ g}$  сахарозы.

#### 2.7. Проведение испытания

$0,50 \text{ g}$  сгущенного молока с сахаром взвешивают в колбе разложения и прибавляют  $4 \text{ cm}^3$  раствор селена в серной кислоте. При помощи насыпной воронки и шпателя добавляют от  $0,5$  до  $1 \text{ g}$  сернокислого калия и взбалтывают. Колбы разложения нагревают в алюминиевом нагревательном блоке до температуры  $(360 \pm 10)^\circ\text{C}$  и при многократном взбалтывании выдерживают при этой температуре до тех пор, пока содержимое станет прозрачным и бесцветным. После охлаждения содержимое колбы разводят эквивалентным количеством дистиллированной воды, добавляют 2 капли раствора тимолфталейна и подключают колбу разложения к аппарату для перегонки.

В качестве приемника применяют колбу Эрленмейера, в которую наливают около  $20 \text{ cm}^3$  раствора борной кислоты и несколько капель индикатора Таширо. Колбу помещают



1—подвесной крючок;  
2—нормальный шлиф;  
3—магровая площадь;  
4—горло; 5—дно

Черт 3

таким образом, чтобы нижний конец холодильника был полностью погружен в жидкость.

К раствору разложения добавляют раствор гидроокиси натрия до перехода окраски раствора в синюю и дистиллируют в течение  $3 \text{ min}$  в потоке водяного пара. Через  $2 \text{ min}$  после перехода фиолетовой окраски раствора борной кислоты в зеленую приемник снимают, дистиллируют еще в течение  $60 \text{ s}$  и титруют  $0,05 \text{ mol/dm}^3$

раствором серной кислоты до перехода окраски в фиолетовую.

Проводят два параллельных определения.

### 2.8. Обработка результатов

2.8.1. Массовую долю азота ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot F \cdot 0,07}{m}, \quad (3)$$

где  $V_2$  — объем серной кислоты с  $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$ , израсходованный на титрование исследуемой пробы,  $\text{cm}^3$ ;

$V_3$  — объем серной кислоты с  $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$ , израсходованный на титрование контрольной пробы,  $\text{cm}^3$ ,

$F$  — коэффициент серной кислоты с  $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$ , определенный до четвертого знака после запятой;

1  $\text{cm}^3$  серной кислоты с  $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$  соответствует 0,7 мг азота;

$m$  — масса навески пробы в г.

2.8.2. Массовую долю белка ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = X_3 \cdot 6,38. \quad (4)$$

где  $X_3$  — массовая доля азота, вычисленная по формуле (3), %;

6,38 — коэффициент пересчета.

2.8.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,04 % белка.

Разница в результатах определений массовой доли белка, проведенных в 2-х лабораториях, не должна превышать 0,08 % белка.

К о н е ц

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1 Автор — делегация ГДР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области пищевой промышленности
2. Тема — 20 400 19—81
- 3 Стандарт СЭВ утвержден на 53-м заседании ПКС
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ

Страны — члены СЭВ	Сроки начала применения стандарта СЭВ	
	в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	в народном хозяйстве
НРБ		
ВНР	Январь 1985 г	Январь 1985 г
СРВ		
ГДР	Январь 1985 г	Январь 1985 г
Республика Куба		
МНР		
ПНР		
СРР	Январь 1985 г.	—
СССР	Январь 1985 г.	—
ЧССР	Июль 1985 г.	Июль 1985 г

5 Срок первой проверки — 1990 г, периодичность проверки — 5 лет

Сдано в наб 11 11 83 Подп. в печ. 16 01 84 0,5 п л 05 усл кр. отт 0,48 уч изд л  
Тир 860 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер, 3  
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 3311