

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 823—77
	МОЛОКО СГУЩЕННОЕ С САХАРОМ	
	Определение содержания сахарозы	Группа Н19

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на сгущенное молоко с сахаром цельное и обезжиренное и устанавливает метод определения содержания сахарозы. Метод является арбитражным.

1. ТЕРМИН И ЕГО ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Содержание сахарозы в сгущенном молоке с сахаром — содержание неизменной сахарозы, выраженное в процентах массы.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на принципе инверсии Клерже: обработка разбавленной кислотой вызывает полный гидролиз сахарозы, но не влияет на лактозу и другие сахара.

Прозрачный фильтрат образца (без мутаротации лактозы) получают путем обработки аммиаком, последующей нейтрализацией и добавлением растворов ацетата цинка и ферроцианида калия. В части фильтрата сахарозу гидролизуют разбавленной соляной кислотой. Содержание сахарозы вычисляют по изменению оптического вращения фильтрата вследствие гидролиза сахарозы.

3. РЕАКТИВЫ

3.1. Все реактивы должны быть чистотой не ниже ч.д.а.

3.2. Ацетат цинка, 2,0 н. раствор.

21,9 г кристаллического ацетата цинка ($Zn/C_2H_3O_2/2 \cdot 2H_2O$) и 3 см³ ледяной уксусной кислоты растворяют в воде и доводят объем раствора до 100 см³.

3.3. Ферроцианид калия, 1,0 н. раствор ($K_4Fe/CN/6 \cdot 3H_2O$) 10,6 г кристаллического ферроцианида калия растворяют в воде и доводят объем до 100 см³.

3.4. Кислота соляная, $6,35 \pm 0,20$ н (около 22%) раствор.

Утвержден Постоянной комиссией по стандартизации
Фридрихрода, декабрь 1977 г.

- 3.5. Аммиак, $2,0 \pm 0,2$ н (около 3,5%) раствор.
- 3.6. Кислота уксусная, $2,0 \pm 0,2$ н (около 12%) раствор.
- 3.7. Бромтимоловый синий, раствор: 1 г бромтимолового синего растворяют в воде и доводят объем до 100 см^3 .
- 3.8. Сахароза, содержание не менее 99,8%.
- 3.9. Вода дистиллированная.

4. АППАРАТУРА

4.1. Весы лабораторные с пределом взвешивания 200 г, с ценой поверочного деления 0,01 г.

4.2. Стакан химический вместимостью 200 см^3 .

4.3. Колбы мерные вместимостью 50 и 200 см^3 .

4.4. Пипетка на 20 см^3 .

4.5. Цилиндр мерный на 50 см^3 .

4.6. Пипетки градуированные на 10 и 25 см^3 .

4.7. Колба коническая на $250\text{—}300 \text{ см}^3$.

4.8. Воронка стеклянная диаметром $80\text{—}100 \text{ мм}$.

4.9. Бумага фильтровальная.

4.10. Термометр на $0\text{—}100^\circ\text{C}$ с ценой деления 1°C .

4.11. Термометр на $0\text{—}50^\circ\text{C}$ с ценой деления $0,1^\circ\text{C}$.

4.12. Поляриметр или сахариметр.

4.12.1. Поляриметр, снабженный натриевой или зеленой ртутной лампой, с ценой деления шкалы не более 0,05 угловых градуса.

4.12.2. Сахариметр с международной сахарной шкалой, в котором используют белый свет, проходящий через фильтр толщиной 15 мм, заполненный 6%-ным раствором бихромата калия; цена деления международной сахарной шкалы не более 0,1.

4.13. Поляриметрическая трубка длиной точно 2 дм, с рубашкой для термостатирования.

4.14. Водяная баня, с регулятором температуры ($60 \pm 1^\circ\text{C}$).

4.15. Сосуд, предназначенный для хранения пробы с плотно закрывающейся крышкой.

4.16. Ложка и шпатель.

5. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб производят по согласованию между странами.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Подготовка пробы

При подготовке пробы свежеработанного сгущенного молока с сахаром банку с продуктом встряхивают и пере-

ворачивают несколько раз. Затем вскрывают банку и тщательно перемешивают продукт ложкой или шпателем, захватывая при этом верхние и нижние слои. Переливают продукт в другую емкость (банку, колбу), присоединяя к общей массе все частицы продукта, прилипшие ко дну, крышке и стенкам первой банки. Плотнo закрывают банку с продуктом крышкой.

Если продукт расфасован в тубу, его выдавливают в банку, затем разрезают тубу продольно и тщательно собирают продукт, оставшийся на поверхности, присоединяя его к основной массе. Продукт перемешивают и банку плотно закрывают крышкой.

Если проба продукта более старая или в пробе ожидают расслоение компонентов, невскрытую банку с продуктом помещают на 2 ч в водяную баню, нагретую до 30—40°C. При этом каждые 15 мин вынимают банку (тубу) из воды и энергично встряхивают. Затем банку (тубу) вскрывают и переносят продукт как можно полнее в другую банку, добавляя к общей массе частицы продукта, оставшиеся на поверхности первой банки (тубы). Продукт охлаждают до комнатной температуры, тщательно перемешивают и банку плотно закрывают крышкой.

6.2. Контрольное определение

Для стандартизации метода, реактивов и оборудования проводят параллельно два контрольных определения.

Методом по п. 6.3 определяют содержание сахарозы в смеси 100 г цельного или 110 г обезжиренного молока и 18 г чистой сахарозы, которая соответствует 40 г сгущенного молока с содержанием сахарозы 45%. Содержание сахарозы вычисляют по формулам, приведенным в п. 7.1, подставляя в формулу (2) для m , F и P соответственно, количество отвешенного молока, содержание жира и белка в этом молоке, и в формулу (1) для m — величину 40,00 г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, которое не должно отличаться от 45,0% более чем на 0,1%.

6.3. Проведение испытания

6.3.1. Отвешивают в стакан около 40 г хорошо перемешанной пробы с точностью до 0,01 г. Добавляют 50 см³ воды, нагретой до 80—90°C, и хорошо перемешивают.

Переносят смесь количественно в мерную колбу вместимостью 200 см³, несколько раз ополаскивают стакан водой, нагретой до 60°C. Общий объем смеси составляет 120—150 см³. Смесь перемешивают и охлаждают до комнатной температуры.

Добавляют 5 см³ раствора аммиака. Смесь перемешивают и выдерживают 15 мин.

Аммиак нейтрализуют добавлением эквивалентного количества уксусной кислоты, которое предварительно определяют. Для этого 5 см³ раствора аммиака титруют уксусной кислотой в присутствии индикатора бромтимолового синего.

Смесь перемешивают. Добавляют последовательно по 12,5 см³ растворов ацетата цинка и 12,5 см³ ферроцианида калия, осторожно перемешивая смесь после добавления каждого реактива. Температуру смеси доводят до 20°C и доливают воды (20°C) до метки колбы.

Примечание Добавление воды и реактивов следует производить таким образом, чтобы избежать образования в жидкости пузырьков воздуха. Поэтому перемешивание производят вращением колбы, а не встряхиванием ее. Если в жидкости появились пузырьки воздуха, то прежде чем довести ее объем до 200 см³, воздух удаляют, присоединяя колбу к вакуумному насосу и осторожно вращая ее.

Колбу закрывают сухой пробкой и тщательно перемешивают, энергично встряхивая. Колбу оставляют на несколько минут, затем жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр. Первые 25 см³ фильтрата не используют.

6.3.2. Определяют оптическое вращение фильтра при температуре 20±2°C (прямая поляризация).

6.3.3. Для инверсии сахарозы 40 см³ фильтрата, полученного по п. 6.3.1, отмеривают пипеткой в мерную колбу на 50 см³. Добавляют 6,0 см³ соляной кислоты. Помещают колбу в водяную баню при температуре 60°C на 15 мин так, чтобы уровень жидкости в колбе был ниже уровня жидкости в водяной бане. В течение первых 5 мин содержимое колбы осторожно перемешивают вращательными движениями, чтобы за это время в колбе установилась температура водяной бани. Содержимое колбы охлаждают под проточной водой до 20°C и доливают воды (20°C) до метки колбы. Перемешивают и выдерживают при температуре 20°C в течение 1 ч.

6.3.4. Определяют оптическое вращение фильтра после инверсии при температуре 20±2°C (поляризация после инверсии). Если при измерении температура жидкости в поляризационной трубке отличается от 20°C более чем на 0,2°C, вводят поправку на температуру по п. 7.2.

7. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Способ расчета

Содержание сахарозы (S) в граммах на 100 г продукта вычисляют по формуле

$$S = \frac{D-5/4 J}{Q} \cdot \frac{V-v}{V} \cdot \frac{v}{l \cdot m}; \quad (1)$$

$$V = \frac{m}{100} \cdot (1,08 F + 1,55 P), \quad (2)$$

где D — показание поляриметра для фильтрата (прямая поляризация);

J — показание поляриметра для фильтрата после инверсии (поляризация после инверсии);

Q — коэффициент инверсии по п. 7.2;

V — объем, до которого был разбавлен образец перед фильтрованием, см³;

v — поправка, соответствующая объему осадка, образованного при получении фильтрата, см³;

l — длина поляриметрической трубки, дм;

m — масса образца для испытания, г;

F — содержание жира в образце, % массы;

P — содержание белка в образце ($N \times 6,38$), % массы.

Примечания:

1. Если отвешивают точно 40,00 г сгущенного молока, применяют поляриметр с натриевой лампой, ведут отсчет в угловых градусах, в поляриметрической трубке длиной 2 дм при температуре $20,0 \pm 0,1^\circ\text{C}$, то содержание сахарозы в нормальном сгущенном молоке ($C-9$) вычисляют по следующей формуле:

$$S = \left(D - \frac{5}{4} J \right) \cdot (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P).$$

2. Если поляризацию после инверсии измеряют при температуре, отличающейся от 20°C , полученное значение следует умножить на $1 + 0,0037(t-20)$.

7.2. Формулы для расчета величины Q при применении различных источников света с поправкой при необходимости, для концентрации сахаров и температуры:

1) натриевая лампа и поляриметр, градуированный в угловых градусах:

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C-9) - 0,0033 (t-20);$$

2) ртутная лампа и поляриметр, градуированный в угловых градусах:

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C-9) - 0,0039 (t-20);$$

3) белый свет с фильтром из бихромата и сахариметр с международной сахарной шкалой:

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C-9) - 0,0095 (t-20),$$

где C — содержание общих сахаров в инвертированном растворе, %;

t — температура инвертированного раствора во время определения поляризации, $^\circ\text{C}$.

Примечания:

1. Содержание общих сахаров C в инвертированном растворе можно рассчитать из показания для прямой поляризации и поляризации после

инверсии с помощью величин удельного вращения сахарозы, лактозы и инвертного сахара.

Поправка $0,0006 (C-9)$ и т. д. будет точной, если C близко к 9; для нормального сгущенного молока этой поправкой можно пренебречь, так как C близко к 9.

2. Отклонение температуры от 20°C оказывает малое влияние на показания для прямой поляризации, но для поляризации после инверсии необходима поправка, если температура отклоняется от 20°C более чем на $0,2^{\circ}\text{C}$.

Поправка $0,003 (t-20)$ и т. п. будет точной только для интервала температур $18-22^{\circ}\text{C}$.

7.3. Оценка результатов

Расхождение для одной пробы между результатами параллельных определений, т. е. выполненных одновременно или в быстрой последовательности одним аналитиком, не должно превышать $0,3$ г сахарозы на 100 г продукта.

Расхождение между результатами определений, выполненных в двух лабораториях, не должно превышать $0,6$ г на 100 г продукта.

К о н е ц

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация ГДР в Постоянной Комиссии СЭВ по пищевой промышленности.

2. Тема — 20.400.10—76.

3. Стандарт утвержден 42-м заседанием Постоянной Комиссии по стандартизации.

4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны—члены СЭВ	Срок начала применения стандарта СЭВ в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	Срок начала применения стандарта СЭВ в народном хозяйстве
НРБ	Январь 1983 г.	Январь 1983 г.
ВНР	Январь 1980 г.	Январь 1980 г.
ГДР	Январь 1980 г.	Январь 1981 г.
Республика Куба	Январь 1982 г.	Январь 1983 г.
МНР		
ПНР	Январь 1978 г.	Январь 1978 г.
СРР	Январь 1980 г.	—
СССР	Январь 1982 г.	Январь 1982 г.
ЧССР	Январь 1982 г.	Январь 1982 г.

5. Срок первой проверки — 1985 г., периодичность проверки — 5 лет.

Сдано в наб. 22.05.78 Подп. в печ. 04.08.78 0,5 п. л. 0,5 уч.-изд. л. Тир. 2050 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 721