

ГОСТ 3628-78

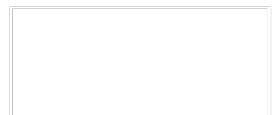
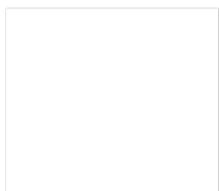
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения сахара



Издание официальное



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения сахара

Milk products.

Methods for sugar determination

ГОСТ
3628—78

МКС 67.100.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на молочные продукты и устанавливает йодометрический, Бергтрана, ускоренный феррицианидный и поляриметрический методы определения сахара (сахарозы), общего сахара (сахарозы, лактозы, глюкозы и фруктозы) в пересчете на инвертный сахар.

Стандарт не распространяется на определение сахара в молочных консервах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб и подготовка к испытаниям — по ГОСТ 3622, ГОСТ 26809.

2. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении редуцирующих сахаров (лактоза, глюкоза), содержащих альдегидную группу, йодом в щелочной среде. Массовую долю сахарозы определяют по разности между количеством взятого и неизрасходованного йода, определяемого титрованием тиосульфатом натрия.

Метод применяется для молочных продуктов, в рецептуру которых входит сахар: творожных изделий, кремов, кисломолочных продуктов, мороженого и шоколадного масла.

При возникновении разногласий в оценке качества пользуются настоящим методом.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, поверочной ценой деления не более 0,001 г по ГОСТ 24104 (для взвешивания реактива п. 2.3.4).

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г, поверочной ценой деления не более 0,05 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная с обогревом.

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

Колбы типа Кн исполнения 1, вместимостью 500 см³ с взаимозаменяемым конусом 29/32, из термически стойкого стекла ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы типа В и Н исполнения 1 и 2, вместимостью 100 и 150 см³, из термически стойкого стекла ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнения 2, 1-го и 2-го классов точности, вместимостью 5, 10 и 25 см³ по ГОСТ 29169.

Колбы мерные исполнения 1 и 2, 2-го класса точности, вместимостью 250 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Бюretки исполнений 1, 2, 3, 1-го и 2-го классов точности, вместимостью 50 см³ по ГОСТ 29251.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., 0,1 и 1 н. растворы.

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

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., 0,5 и 7,3 н. растворы; раствор, разбавленный 1:5.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а., 0,1 н. раствор.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220 х. ч., 0,1 н. раствор.

Метиловый оранжевый (индикатор), 0,1 %-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 7699 1 %-ный раствор.

Известь натронная.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) х. ч., 0,1 н. раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

Кальций хлористый кристаллический.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление раствора сернокислой меди (раствор Фелинга № 1)

69,26 г перекристаллизованной сернокислой меди, не содержащей железа, взвешивают и растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. Приготовление 7,3 н. раствора соляной кислоты для инверсии

К 120 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ добавляют 80 см³ воды.

2.3.3. Приготовление 0,1 н. раствора йода

20—25 г йодистого калия, взвешенного в стакане вместимостью 100 см³, растворяют в возможно малом количестве воды. В стакан с раствором йодистого калия прибавляют 12,7 г металлического йода. Жидкость перемешивают до полного растворения йода и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, затем объем доводят водой до метки.

2.3.4. Приготовление 0,1 н. раствора двухромовокислого калия

4,9038 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при (158 ± 2) °С взвешивают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют и доводят водой объем раствора до метки.

Также можно приготовить 0,1 н. раствор двухромовокислого калия из фиксанала.

2.3.3—2.3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.5. Приготовление 1 %-ного растворимого крахмала

1 г крахмала размешивают с 10 см³ холодной воды. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при непрерывном помешивании в 90 см³ кипящей воды. Горячий готовый крахмал отфильтровывают в бутылку и закрывают ее пробкой. Можно разлить крахмал в маленькие бутылки, закрыть их ватными пробками и пропастеризовать. В таком виде раствор крахмала сохраняется длительное время.

2.3.6. Приготовление 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия)

24,8 г тиосульфата натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют, прибавляют 0,2 г безводного углекислого натрия и объем раствора доводят водой до метки. Для приготовления раствора тиосульфата используют бидистиллированную или дистиллированную свежепрокипяченную воду. Охлаждают воду в колбе с закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками натронной извести.

2.3.6.1. Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 500—750 см³ с притертой пробкой вносят 1—2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 см³ воды, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:5, 20 см³ 0,1 н. раствора двухромовокислого калия. Закрыв колбу пробкой содержимое тщательно перемешивают, дают раствору постоять 5 мин, после этого титруют раствором тиосульфата (массовую концентрацию которого устанавливают), приливая его из бюветки постепенно, все время перемешивая жидкость. Когда коричневый цвет раствора перейдет в желтовато-зеленый, в колбу добавляют 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала и для более четкого определения окончания титрования 250—300 см³ воды. Титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого, обусловленного ионами трехвалентного хрома.

С. 3 ГОСТ 3628—78

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия $Mc_{Na_2S_2O_3/S}$, г/см³, вычисляют по формуле

$$Mc_{Na_2S_2O_3/S} = \frac{0,0171 \cdot 20}{V},$$

где 0,0171 — массовая концентрация сахарозы, соответствующая 1 см³ 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г/м³;

20 — объем 0,1 н. раствора двухромовокислого калия, см³;

V — объем раствора гипосульфита натрия, израсходованный на титрование 20 см³ 0,1 н. раствора двухромовокислого калия, см³.

2.3.6—2.3.6.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Приготовление фильтрата из творожных изделий с сахаром, кремов, кисломолочных продуктов с сахаром, мороженого с сахаром

(Фильтраты должны быть совершенно прозрачны)

5 г продукта взвешивают в стакане вместимостью 100 см³. Для определения массовой доли сахара в сладкой простокваше и других молочных продуктах, содержащих менее 10 % сахара, берут навеску массой 10 г. В стакан с продуктом прибавляют 25 см³ воды; содержимое стакана тщательно растирают оплавленной стеклянной палочкой и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Содержимое стакана смывают несколько раз водой температурой (20 ± 2) °С, количество которой не превышает половины объема колбы.

Затем в колбу прибавляют 5 см³ раствора Фелинга № 1 и 2 см³ 1 н. раствора гидроокиси натрия, содержимое колбы хорошо перемешивают и оставляют в покое на 5 мин. Если жидкость в колбе над осадком окажется мутной, то в колбу приливают дополнительно еще несколько капель раствора Фелинга № 1.

После появления над осадком прозрачного слоя жидкости, указывающего на полноту осаждения, колбу доливают водой до метки и содержимое колбы тщательно перемешивают. Колбу оставляют в покое 20—30 мин для того, чтобы дать возможность осадку отстояться, после чего прозрачную жидкость, находящуюся над осадком, фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу. Первые 25—30 см³ фильтрата отбрасывают.

2.4.2. Приготовление фильтрата из шоколадного масла

10 г масла взвешивают в стакане вместимостью 100 см³. В стакан с маслом вносят пипеткой 50 см³ воды, нагретой до температуры (45 ± 5) °С. После того как масло расплавилось, содержимое стакана тщательно перемешивают и переносят в сухую делительную воронку.

После отстаивания жира большую часть водного слоя сливают из воронки в сухую колбу.

40 см³ водной вытяжки (соответствует 8 г испытуемого масла) пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и дополняют колбу водой приблизительно до половины объема. В колбу с раствором водной вытяжки из масла приливают 5 см³ раствора Фелинга № 1 и 2 см³ 1 н. раствора гидроокиси натрия. Содержимое колбы перемешивают, доливают водой до метки и после вторичного тщательного перемешивания оставляют на 20—30 мин для отстаивания. Прозрачный слой жидкости, находящийся над осадком, фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр в сухую колбу.

2.4.1—2.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.3. Определение редуцирующей способности фильтрата до инверсии

25 см³ фильтрата, приготовленного по пп. 2.4.1 и 2.4.2, вносят пипеткой в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³. Затем пипеткой приливают в колбу 25 см³ 0,1 н. раствора йода и из бюrette, при непрерывном помешивании, 37,5 см³ 0,1 н. раствора гидроокиси натрия. Затем колбу закрывают притертой пробкой и оставляют в покое в темном месте.

Через 20 мин в колбу приливают 8 см³ 0,5 н. раствора соляной кислоты и титруют выделившийся йод 0,1 н. раствором серноватистокислого натрия. После перехода цвета титруемого раствора из бурого в желтоватый в колбу прибавляют 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала и титрование продолжают до исчезновения синей окраски.

После титрования записывают количество серноватистокислого натрия, израсходованного на титрование выделившегося йода.

2.4.4. Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии

Другие 25 см³ фильтрата, приготовленного по пп. 2.4.1 и 2.4.2, приливают пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³ с притертой пробкой. Колбу закрывают пробкой с пропущенным