

ГОСТ 3623—73

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

---

# МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАСТЕРИЗАЦИИ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
М о с к в а

**Поправка к ГОСТ 3623—73 Молоко и молочные продукты. Методы определения пастеризации**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 2.2, четырнадцатый абзац	перекись водорода «медицинская» по ГОСТ 10929, 0,5 %-ный раствор	водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 177 медицинская или по ГОСТ 10929, х.ч., 0,5 %-ный раствор
Пункт 2.7, второй абзац	перекись водорода «медицинская» по ГОСТ 10929, 0,5 %-ный раствор;	водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 177 медицинская или по ГОСТ 10929, х.ч., 0,5 %-ный раствор;
Информационные данные, пункт 4	—	ГОСТ 177—88   2.2, 2.7

(ИУС № 6 2011 г.)

## МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

## Методы определения пастеризации

ГОСТ  
3623-73Milk and milk products.  
Methods for determination of pasteurization

МКС 67.100.10

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на пастеризованное молоко, сливки, пахту, сыворотку и устанавливает методы определения пастеризации, а также на творог, сметану, сливочное масло, кисломолочные напитки и другие молочные продукты при оценке эффективности пастеризации сырья, из которого они выработаны.

## 1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб молока и молочных продуктов проводят по ГОСТ 26809 и ГОСТ 13928.

## 2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРОКСИДАЗЫ

2.1a. Пероксидаза инактивируется при температуре пастеризации не ниже 80 °С с выдержкой 20—30 с.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

**А. Метод определения пероксидазы по реакции с солянокислым рафенилендиамином**

2.1. Сущность метода

Метод основан на разложении перекиси водорода ферментом пероксидазы, содержащейся в молоке и молочных продуктах.

Освобождающийся при разложении перекиси водорода активный кислород окисляет парафенилендиамином, образуя соединение синего цвета.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы:

весы лабораторные аналитические;

весы лабораторные технические;

пробирки по ГОСТ 23932;

пипетки вместимостью 2 и 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169;

пипетки вместимостью 5 или 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169;

капельницы из темного стекла или покрытые черным лаком;

колбы мерные вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;

колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;

баня водяная с нагревательным прибором;

парафенилендиамин солянокислый, 2 %-ный водный раствор. Раствор нестойкий, его следует хранить в склянке из темного стекла с плотно закрытой пробкой, в темном, прохладном месте;

кислота лимонная кристаллическая по ГОСТ 3652, х. ч. или ч. д. а.;

кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., концентрированная;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, 0,1 н. раствор;

перекись водорода «медицинская» по ГОСТ 10929, 0,5 %-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

натрий фосфорнокислый двузамещенный кристаллический по ГОСТ 11773; х. ч. или ч. д. а.

### 2.3. Подготовка к анализу

#### 2.3.1. Проверка пригодности 2 %-ного раствора солянокислого парафенилендиамина

При применении 2 %-ного раствора солянокислого парафенилендиамина, хранившегося более 1—2 дней, следует проверить его пригодность. Для этого в пробирке нужно вскипятить 5 см<sup>3</sup> молока, охладить, прилить 2,5 см<sup>3</sup> буферной смеси, перемешать и поместить на 3—5 мин в водяную баню с температурой воды (35 ± 2) °С. Затем прибавить 6 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода и 3 капли раствора солянокислого парафенилендиамина, перемешать и снова поместить в водяную баню. Появление темно-синей или серовато-синей окраски указывает на непригодность раствора.

#### 2.3.2. Приготовление буферной смеси

97 г двузамещенного фосфорнокислого натрия и 0,65 г лимонной кислоты, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки и перемешивают. Буферную смесь следует сохранять в склянке из темного стекла с плотно закрытой пробкой.

#### 2.3.3. Определение содержания перекиси водорода в концентрированном растворе

3—4 г концентрированной перекиси водорода, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, переносят без потерь в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. 10 см<sup>3</sup> приготовленного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты (1:4) и содержимое титруют 0,1 н. раствором марганцовокислого калия до розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях, с тем же количеством реагентов и воды (без перекиси водорода).

Массовую долю перекиси водорода  $X, \%$ , вычисляют по формуле

$$X = \frac{(v - v_1) \cdot 0,0017 \cdot 25 \cdot 100}{m},$$

где  $v$  — количество точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, израсходованное на титрование раствора перекиси водорода, см<sup>3</sup>;

$v_1$  — количество точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, израсходованное на контрольное титрование, см<sup>3</sup>;

0,0017 — количество перекиси водорода, соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, г;

$m$  — навеска перекиси водорода, г.

#### 2.3.4. Приготовление 0,5 %-ного раствора перекиси водорода

Для приготовления 0,5 %-ного раствора перекиси водорода имеющийся концентрированный раствор, в зависимости от содержания в нем перекиси водорода, разводят водой, предварительно прокипяченной и охлажденной. Раствор быстро разлагается, поэтому его следует приготовлять в небольшом количестве.

Растворы следует хранить в склянке из темного стекла в прохладном месте.

#### 2.4. Проведение анализа

В пробирку отмеривают или отвешивают анализируемый продукт и дистиллированную воду.

Количество дистиллированной воды и анализируемого продукта должно соответствовать указанному в табл. I.

Таблица I

Наименование продукта	Количество продукта	Количество дистиллированной воды, см <sup>3</sup>
Молоко пастеризованное	5 см <sup>3</sup>	—
Сливки	2—3 см <sup>3</sup>	2—3
Сметана	2—3 г	2—3
Кисломолочные напитки (кефир, ацидофильное молоко, ацидофилин, кумыс, йогурт и др.); простокваша, напитки с плодово-ягодными наполнителями (фильтраты)	5 см <sup>3</sup>	—
Белковые продукты (творог, творожные изделия, паста и др.)	2—3 г	2—3
Сливочное масло (плазма масла)	2—3 см <sup>3</sup>	2—3

### С. 3 ГОСТ 3623—73

Кисломолочные напитки с плодово-ягодными наполнителями фильтруют через бумажный фильтр.

Пастеризацию определяют по реакции фильтрата с йодистокалиевым крахмалом.

Для получения 2—3 см<sup>3</sup> плазмы масла 50 г сливочного масла расплавляют при температуре не выше 50 °С, затем охлаждают и застывший слой жира удаляют.

После добавления воды анализируемы продукты тщательно растирают стеклянной палочкой.

Затем в пробирку с указанным количеством продукта и воды приливают 2,5 см<sup>3</sup> буферной смеси, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и помещают в водяную баню с температурой воды (35 ± 2) °С, где выдерживают 3—5 мин, чтобы содержимое пробирки приняло эту температуру. Затем добавляют 6 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода и 3 капли раствора парафенилендиамина солянокислого, перемешивают вращательными движениями содержимое пробирки после добавления каждого реагента. После этого снова помещают пробирку в водяную баню и наблюдают изменение окраски жидкости.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

#### 2.5. Оценка результатов

При отсутствии фермента пероксидазы в молоке и молочных продуктах цвет содержимого пробирки не изменяется. Следовательно, молоко и молочные продукты подвергались пастеризации при температуре не ниже 80 °С.

При наличии пероксидазы в молоке, сливках, сливочном масле содержимое пробирок приобретает темно-синее окрашивание. При наличии пероксидазы в кисломолочных продуктах и кислосливочном масле содержимое пробирок приобретает серо-фиолетовый цвет, постепенно переходящий в темно-синее окрашивание. Следовательно, молоко и молочные продукты не подвергались пастеризации или подвергались пастеризации при температуре ниже 80 °С, или были смешаны с непастеризованными продуктами. Чувствительность метода позволяет обнаружить добавление не менее 5 % непастеризованных молочных продуктов к пастеризованным.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### Б. Определение пероксидазы по реакции с йодистокалиевым крахмалом

##### 2.6. Сущность метода

Метод основан на разложении перекиси водорода ферментом пероксидазой, содержащейся в молоке и молочных продуктах. Освобождающийся при разложении перекиси водорода активный кислород окисляет йодистый калий, освобождая йод, образующий с крахмалом соединение синего цвета.

##### 2.7. Аппаратура, материалы и реагенты:

аппаратура по п. 2.2;

перекись водорода «медицинская» по ГОСТ 10929, 0,5 %-ный раствор;

крахмал картофельный по ГОСТ 7699;

калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч. или ч. д. а.;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

воронки стеклянные В-56—80 ХУ-1 по ГОСТ 25336;

фильтры бумажные диаметром 11 см.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

##### 2.8. Подготовка к анализу

###### 2.8.1. Приготовление 0,5 %-ного раствора перекиси водорода по п. 2.3.4.

###### 2.8.2. Приготовление йодистокалиевого крахмала

3 г крахмала взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и смешивают с 5—10 см<sup>3</sup> дистиллированной холодной воды до получения однородной массы. Отдельно в колбе доводят до кипения 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и при непрерывном помещивании приливают воду к разведененному крахмалу, не допуская образования комков. Полученный раствор доводят до кипения. После охлаждения к раствору крахмала прибавляют 3 г йодистого калия, перемешивая до растворения кристаллов йодистого калия.

Раствор йодистокалиевого крахмала является нестойким реагентом, поэтому приготовлять его следует в небольшом количестве и сохранять в темном прохладном месте не более двух дней.

###### 2.8.3. Проверка пригодности раствора йодистокалиевого крахмала

Для определения пригодности раствора йодистокалиевого крахмала, хранившегося более двух дней, перед употреблением его необходимо проверить. Для этого в пробирке нужно вскипятить 5 см<sup>3</sup> молока, охладить, прилить 5 капель раствора йодистокалиевого крахмала и 5 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода и перемешать. Появление темно-синей или серовато-синей окраски указывает на непригодность раствора.

2.8.4. Допускается вместо йодистокалиевого крахмала применять отдельно приготовленный 1 %-ный раствор крахмала и 10 %-ный раствор йодистого калия.

#### 2.9. Проведение анализа

Отмеривание или взвешивание анализируемых продуктов и воды и подготовку плазмы масла производят по п. 2.4.

В пробирку с указанным количеством продукта и воды приливают 5 капель раствора йодистокалиевого крахмала и 5 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода, вращательными движениями перемешивают содержимое пробирки после добавления каждого реагента. Затем определяют наличие пероксидазы по изменению окраски.

Если применяют отдельно раствор крахмала и йодистого калия, то поступают следующим образом: в каждую пробирку с продуктами, подготовленными, как указано в п. 2.4, приливают 0,5 см<sup>3</sup> 1 %-ного раствора крахмала, 2 капли 10 %-ного раствора йодистого калия и 5 капель 0,5 %-ного раствора перекиси водорода, перемешивают содержимое пробирок после добавления каждого реагента, затем определяют наличие пероксидазы по изменению окраски.

#### 2.10. Оценка результатов

При отсутствии фермента пероксидазы в молоке и молочных продуктах цвет содержимого пробирки не изменится. Следовательно, молоко и молочные продукты подвергались пастеризации при температуре не ниже 80 °С.

При наличии пероксидазы в молоке, сливках, сливочном масле содержимое пробирок приобретает темно-синее окрашивание. При наличии пероксидазы в кисломолочных продуктах и кислосливочном масле содержимое пробирок не более чем через 2 мин приобретает серовато-синюю окраску, постепенно переходящую в темно-синюю. Следовательно, молоко и молочные продукты не подвергались пастеризации или подвергались пастеризации при температуре ниже 80 °С, или были смешаны с непастеризованными молочными продуктами. Появление окраски в пробирках более чем через 2 мин после добавления йодистокалиевого крахмала и перекиси водорода не указывает на отсутствие пастеризации, так как может вызываться разложением реагентов.

Чувствительность метода позволяет обнаружить добавление не менее 5 % непастеризованных молочных продуктов к пастеризованным, а для напитков с плодово-ягодными наполнителями — 0,5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

### 3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФАТАЗЫ

3.1a. Фосфатаза инактивируется при температуре пастеризации не ниже 63 °С с выдержкой 30 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### А. Определение фосфатазы по реакции с 4-аминоантитирином (арбитражный метод)

##### 3.1. Сущность метода

Метод основан на гидролизе динатриевой соли фенилфосфорной кислоты ферментом фосфатазой, содержащейся в молоке и молочных продуктах. Выделившийся при гидролизе свободный фенол в присутствии окислителя дает розовое окрашивание с 4-аминоантитирином.

##### 3.2. Аппаратура, материалы и реагенты:

весы лабораторные аналитические;

весы лабораторные технические;

пробирки стеклянные по ГОСТ 23932, размером 16 × 150 мм;

пипетки измерительные вместимостью 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169;

ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147;

колба коническая вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;

цилиндр стеклянный вместимостью 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;

баня водяная;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.;

аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный, ч. д. а.;

фенилфосфорной кислоты динатриевая соль двуводная — по действующей технической документации, утвержденной в установленном порядке;

4-аминоантитицин, ч.;

## С. 5 ГОСТ 3623—73

цинк сернокислый по ГОСТ 4174, х. ч.;  
медь сернокислая по ГОСТ 4165, х. ч.;  
эфир этиловый;  
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;  
воронки стеклянные В 56—80 ХУ-1 ГОСТ 25336, колба мерная вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770;  
фильтры бумажные диаметром 11 см;  
бумага индикаторная универсальная pH 1—10;  
натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., 1 н. раствор;  
уголь активированный.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

### 3.3. Подготовка к анализу

Молоко пастеризованное, сливки, кисломолочные напитки, простокваша для проведения анализа дополнительной подготовки не требует. Творог и сметану необходимо развести дистиллированной водой. Для этого 1 г творога и сметаны помещают в пробирку и тщательно перемешивают с 2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Кисломолочные напитки с плодово-ягодными наполнителями необходимо профильтровать через бумажный фильтр с активированным углем (2 г активированного угля на 25 см<sup>3</sup> продукта). Сыворотку и фильтраты кисломолочных напитков с плодово-ягодными наполнителями следует нейтрализовать 1 н. раствором гидроокиси натрия до pH 6, контролируя по универсальной индикаторной бумажке.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

#### 3.3.1. Приготовление основного буферного раствора (pH 10 ± 0,2)

40 г хлористого аммония (NH<sub>4</sub>Cl), взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100—200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 348 см<sup>3</sup> 25 %-ного водного аммиака (NH<sub>3</sub>OH) и доводят до 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной водой.

#### 3.3.2. Приготовление субстрата

##### Приготовление раствора А

1,25 г динатриевой соли фенилфосфорной кислоты (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>4</sub>PNa<sub>2</sub>), взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 100 см<sup>3</sup> основного буферного раствора.

##### Приготовление раствора Б

0,8 г 4-аминоантипирина (C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>ON<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>), взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 900 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Растворы А и Б должны быть бесцветными и храниться в склянках из темного стекла в холодильнике. Срок хранения не более 1 мес. Пожелтевшие растворы для работы непригодны.

Рабочий раствор субстрата готовят непосредственно перед определением реакции смешиванием растворов А и Б (1 : 9). Рабочий раствор пригоден для работы в течение 8 ч при хранении его в склянке из темного стекла.

При необходимости динатриевую соль фенилфосфорной кислоты очищают от свободного фенола промыванием этиловым эфиром до полного удаления фенола. Сушить реактив при комнатной температуре под тягой.

#### 3.3.3. Приготовление осадителя системы цинк-медь

30 г сульфата цинка (ZnSO<sub>4</sub> в 7H<sub>2</sub>O) и 6 г сульфата меди (CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O), взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 1 л дистиллированной воды.

#### 3.3.4. Приготовление 1 н. раствора гидроокиси натрия

40 г кристаллической гидроокиси натрия взвесить с погрешностью не более 0,1 г и растворить в дистиллированной воде в мерной колбе 1 дм<sup>3</sup>, доведя объем до метки.

#### 3.3.5. Активированный уголь в таблетках растереть в ступке.

#### 3.3.4, 3.3.5. (Введены дополнительно, Изм. № 4).

#### 3.4. Проведение анализа

К 3 см<sup>3</sup> молока, сливок, кефира, простокваша, сыворотки или предварительно подготовленных для анализа по п. 3.3 продуктов добавляют 2 см<sup>3</sup> рабочего раствора субстрата. Затем перемешивают содержимое пробирки и ставят в водяную баню, нагретую до 40—45 °C на 30 мин. В пробирку, вынутую из водяной бани, добавляют 5 см<sup>3</sup> осадителя системы цинк-медь, тщательно перемешивают содержимое пробирки и снова ставят в водяную баню с температурой 40—45 °C на 10 мин. Вынув

пробирку из бани, производят визуальное сравнение содержимого пробирки испытуемого продукта с контрольным опытом.

Контрольным опытом для всех продуктов является аналогичная реакция с кипяченным молоком. Если контрольный опыт с кипяченым молоком дает слабо-розовое окрашивание — динатрий-фенилфосфат подлежит дополнительной очистке по п. 3.3.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

### 3.5. Оценка результатов

3.5.1. При отсутствии фермента фосфатазы в молоке и молочных продуктах окраска содержимого пробирки (раствора, отделившегося от осажденного белка) бесцветная, т. е. аналогичная содержимому пробирок контрольного опыта. Следовательно, молоко и молочные продукты подвергались пастеризации при температуре не ниже 63 °С.

При наличии фосфатазы в молоке и молочных продуктах содержимое пробирок (раствор) имеет окрашивание от розового до темно-красного цвета. Следовательно, молоко и молочные продукты не подвергались пастеризации или подвергались пастеризации при температуре ниже 63 °С или были смешаны с непастеризованными молочными продуктами.

При оценке реакции учитывается только цвет, но не прозрачность раствора.

Чувствительность метода позволяет обнаружить добавление непастеризованных молочных продуктов к пастеризованным: 0,3 % в молоке, сливках, кисломолочных напитках и 0,5 % в твороге и сметане и 1 % в напитках с плодово-ягодными наполнителями и сыворотке.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.5.2. Творог и сметану на пастеризацию исходного сырья — молока и сливок определяют по фосфатазе не позднее семи суток с момента выработки творога, сметаны — не позднее пяти суток.

Определение пастеризации всех видов молочных, сливочных напитков и творожных изделий с наполнителями и продуктами из сыворотки должно производиться путем контроля исходного сырья (молоко, сливки, творог, сыворотка) в соответствии с разд. 3 А.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

### Б. Определение фосфатазы по реакции с фенолфталеинфосфатом натрия

#### 3.6. Сущность метода

Метод основан на гидролизе фенолфталеинфосфата натрия ферментом фосфатазой, содержащейся в молоке и молочных продуктах. Освобождающийся при гидролизе фенолфталеин в щелочной среде дает розовое окрашивание.

#### 3.7. Аппаратура, материалы и реактивы:

аппаратура по п. 2.2;

аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., 1 н. раствор;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч. или ч. д. а., 1 н. раствор;

смесь буферная аммиачная;

фенолфталеинфосфат натрия порошкообразный, 10 или 0,1 %-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

пробирки стеклянные по ГОСТ 23932 из бесцветного стекла с нанесенными метками на объем 2 см<sup>3</sup>;

пипетки измерительные вместимостью 1 и 2 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169;

пробки резиновые.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 3.8. Подготовка к анализу

##### 3.8.1. Приготовление аммиачной буферной смеси

80 см<sup>3</sup> 1 н. раствора аммиака смешивают с 20 см<sup>3</sup> 1 н. раствора хлористого аммония (рН 9,8).

##### 3.8.2. Приготовление 0,1 %-ного раствора фенолфталеинфосфата натрия.

0,1 г порошкообразного фенолфталеинфосфата натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> с небольшим количеством буферной смеси, затем доливают буферную смесь до метки и перемешивают.

#### 3.9. Проведение анализа

В пробирку отмеряют анализируемый продукт, дистиллированную воду и реагент. Количество анализируемого продукта, дистиллированной воды и реагента должно соответствовать указанному в табл. 2.

Таблица 2

Наименование продуктов	Количество продукта, см <sup>3</sup>	Количество дистиллированной воды, см <sup>3</sup>	Количество раствора фенолфталеинфосфата натрия, см <sup>3</sup>
Молоко пастеризованное	2	—	1
Сливки	2	2	1
Кисломолочные напитки: кефир, ацидофильное молоко, ацидофилин, кумыс, йогурт и др.	2	2	2
Простокваша	2	2	2

После добавления дистиллированной воды и реагента содержимое пробирки закрывают пробкой и взбалтывают.

Затем пробирку помещают в водяную баню с температурой воды от 40 до 45 °С и определяют окраску содержимого пробирки через 10 мин и через 1 ч.

### 3.10. Оценка результатов

При отсутствии фермента фосфатазы в молоке и молочных продуктах окраска содержимого пробирки не изменяется. Следовательно, молоко и молочные продукты подвергались пастеризации при температуре не ниже 63 °С. При наличии фосфатазы в молоке и молочных продуктах содержимое пробирки приобретает окраску от светло-розовой до ярко-розовой. Следовательно, молоко и молочные продукты не подвергались пастеризации или подвергались пастеризации при температуре ниже 63 °С, или были смешаны с непастеризованными продуктами.

Чувствительность метода позволяет обнаружить добавление не менее 2 % непастеризованных молочных продуктов к пастеризованным.

Определение пастеризации всех видов молочных, сливочных напитков должно производиться путем контроля исходного сырья (молоко, сливки) в соответствии с разд. 3 Б.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОЙ ФОСФАТАЗЫ

4.1. Кислая фосфатаза инактивируется при температуре пастеризации молока и сливок 85 °С с выдержкой не менее 30 мин, 90 °С с выдержкой не менее 5 мин и кипячении; термической обработки сливок 103 °С с выдержкой 15–20 с.

Метод определения кислой фосфатазы предназначен для контроля эффективности термической обработки.

### 4.2. Сущность метода

Метод основан на свойстве кислой фосфатазы катализировать при pH (4,00 ± 0,05) гидролиз динатриевой соли фенилфосфорной кислоты с образованием фенола и фосфата натрия. Фенол с 4-аминоантраницином при добавлении осадителя системы цинк-медь в условиях щелочной реакции образует окрашенное соединение, изменяющее интенсивность окраски от слаборозовой до темно-вишневой (в зависимости от концентрации фенола). По разнице в интенсивности окраски опытных и контрольных проб определяют активность кислой фосфатазы (соблюдаены ли режимы термической обработки).

### 4.3. Аппаратура, материалы и реактивы

Аналитор потенциометрический с диапазоном измерения 3–4,5 ед. pH, позволяющий измерить pH с погрешностью ± 0,05, по ГОСТ 19881 или ГОСТ 27987.

Баня водяная с регулируемым подогревом или ультратермостат, обеспечивающие регулирование температуры от 25 до 50 °С, с точностью ± 1 °С.

Бюретки 3–1–25–0,1; 3–2–25–0,1; 3–1–50–0,1; 3–2–50–0,1 ГОСТ 29251.

Весы лабораторные общего назначения, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104\*.

Весы лабораторные общего назначения, 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Воронка В-56–80 ХС ГОСТ 25336.

\* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104–2001 (здесь и далее).

Капельница 2-50 ХС ГОСТ 25336.  
 Колбы К<sub>2</sub> 2-250-34; 2-250-40; 2-250-50 ХС ГОСТ 25336.  
 Колбы 1-50-2; 1-100-2; 1-250-2; 1-500-2; 1-1000-2; 2-100-2; 2-50-2; 2-250-2; 2-500-2; 2-1000-2 ГОСТ 1770.  
 Пипетки 4-1-1; 4-1-2; 5-1-1; 5-1-2; 6-1-5; 6-1-10; 7-1-5; 7-1-10 ГОСТ 29169.  
 Пробирки П 4-15-14/23, П 2-16-150 ХС ГОСТ 25336.  
 Секундомер по нормативному документу.  
 Цилиндры 1-50; 1-100; 1-500; 3-50; 3-100 ГОСТ 1770.  
 Штатив для пробирок.  
 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.  
 Фольга алюминиевая для упаковки по ГОСТ 745.  
 4-аминоантитиридин, ч.  
 Аммиак 25 %-ный водный раствор по ГОСТ 3760, ч. д. а.  
 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.  
 Кислота соляная, 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, фиксанал.  
 Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.  
 Медь серно-кислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч.  
 Метиловый оранжевый, индикатор с массовой долей 0,1 %.  
 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.  
 Фенилфосфорной кислоты динатриевая соль 2-водная, ч.  
 Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, ч.

#### 4.4. Подготовка к анализу

##### 4.4.1. Приготовление буферного раствора

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> вносят 72 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем подщелачивают концентрированным раствором гидроокиси натрия до (3,78 ± 0,05) pH.

4.4.2. Приготовление и хранение раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоантитиридина.

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят (0,300 ± 0,001) г динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и (0,021 ± 0,001) г 4-аминоантитиридина, 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, содержимое растворяют, добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

Реактив хранят в темном месте при температуре (20 ± 5) °С не более 2 ч.

##### 4.4.3. Приготовление осадителя системы цинк-медь

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> вносят (150,00 ± 0,05) г серно-кислого цинка и (30,00 ± 0,05) г серно-кислой меди, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

##### 4.4.4. Приготовление 3 моль/дм<sup>3</sup> раствора аммиака и определение его концентрации

В мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> разбавляют 333 см<sup>3</sup> аммиака с массовой долей 25 % до метки дистиллированной водой.

Концентрацию раствора аммиака проверяют 0,2 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты, используя в качестве индикатора раствор с массовой долей 0,1 % метилового оранжевого. В коническую колбу вносят 1 см<sup>3</sup> исследуемого раствора аммиака, 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 1-2 капли индикатора, перемешивают и титруют 0,2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой. Концентрацию аммиака устанавливают по формуле

$$K = 0,2 A,$$

где  $K$  — молярная концентрация исследуемого раствора аммиака, моль/дм<sup>3</sup>;

0,2 — молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм<sup>3</sup>;

$A$  — объем израсходованной на титрование соляной кислоты, см<sup>3</sup>.

Раствор аммиака хранят в плотно закупоренной посуде. Перед взятием аммиака содержимое бутылки перемешивают.

#### 4.5. Проведение анализа

##### 4.5.1. Приготовление опытной пробы

Исследуемое молоко или сливки вносят по 1 см<sup>3</sup> в три пробирки. В одну из пробирок с молоком или сливками добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоанти-

## С. 9 ГОСТ 3623—73

пирина, перемешивают, помещают в водяную баню или ультратермостат с температурой  $(36 \pm 1)$  °С. Через одинаковые промежутки времени, например 1 мин, вышеуказанную операцию проводят последовательно с остальными двумя пробирками. Продолжительность выдерживания каждой из трех пробирок в водяной бане или ультратермостате, контролируемая по секундомеру, составляет 90 мин. Затем вносят из бюретки вместимостью  $25 \text{ см}^3$  или отмеривают пипеткой по 1  $\text{cm}^3$  осадителя системы цинк-медь,  $0,6 \text{ см}^3$  раствора с концентрацией аммиака 3 моль/дм $^3$  через те же промежутки времени, как и при смешивании с раствором соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоантипирина, перемешивают после добавления каждого реагента, фильтруют и выдерживают 60 мин при температуре  $(20 \pm 5)$  °С.

### 4.5.2. Приготовление контрольной пробы

Контрольную пробу готовят следующим способом: в три пробирки вносят по  $10 \text{ см}^3$  раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоантипирина, выдерживают подобно опытным пробам при температуре  $(36 \pm 1)$  °С 90 мин. Пробирки вынимают из водяной бани или ультратермостата, добавляют по  $1 \text{ см}^3$  осадителя системы цинк-медь,  $1 \text{ см}^3$  исследуемых молока или сливок и  $0,6 \text{ см}^3$  раствора с концентрацией аммиака 3 моль/дм $^3$  (перемешивание выполняют после каждой добавки), фильтруют и выдерживают 60 мин при температуре  $(20 \pm 5)$  °С.

Во избежание попадания в содержимое пробирок постороннего фенола пробирки типа П2 закрывают фольгой, перемешивание выполняется 2-кратным переворачиванием пробирок на  $180^\circ$  и возвращением их в исходное положение.

### 4.6. Оценка результатов

При полной инактивации кислой фосфатазы в молоке или сливках окраска опытных проб не отличается от окраски контрольных проб. Следовательно, молоко и сливки подвергались пастеризации при температуре 85 °С с выдержкой не менее 30 мин, 90 °С с выдержкой не менее 5 мин и кипячению; сливки подвергались термической обработке при температуре 103 °С с выдержкой 15—20 с.

В зависимости от активности кислой фосфатазы в молоке и сливках окраска опытных проб изменяет цвет от слабо-розового (но более яркого, чем окраска контрольных проб) до темно-вишневого. Следовательно, наличие активности кислой фосфатазы свидетельствует о несоблюдении режимов термической обработки.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

А. П. Патратий; В. А. Серебренникова; Г. А. Ереско, канд. техн. наук; А. Н. Старчевой, канд. техн. наук; Н. Я. Ящота, Е. К. Жураховская; П. В. Лопата; А. Г. Анацкая; Ю. Я. Свирденко; канд. техн. наук; М. Я. Данилов; Н. И. Кречман; А. И. Гудонис; К. Д. Буткус; В. Б. Сайкаускене, канд. техн. наук

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.73 № 503

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 3623-56

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61-75	4.3	ГОСТ 10929-76	2.2, 2.7
ГОСТ 745-79	4.3	ГОСТ 11773-76	2.2
ГОСТ 1770-74	2.2, 3.2, 4.3	ГОСТ 12026-76	4.3
ГОСТ 3652-69	2.2	ГОСТ 13928-84	1.1
ГОСТ 3760-79	3.2, 3.7, 4.3	ГОСТ 19881-74	4.3
ГОСТ 3773-72	3.2, 3.7	ГОСТ 20490-75	2.2
ГОСТ 4165-78	3.2, 4.3	ГОСТ 23932-90	2.2, 3.2, 3.7
ГОСТ 4174-77	3.2, 4.3	ГОСТ 24104-88	4.3
ГОСТ 4204-77	2.2	ГОСТ 25336-82	2.7, 3.2, 4.3
ГОСТ 4232-74	2.7	ГОСТ 26809-86	1.1
ГОСТ 4328-77	3.2, 4.3	ГОСТ 27987-88	4.3
ГОСТ 6709-72	2.2, 2.7, 3.2, 3.7, 4.3	ГОСТ 29169-91	2.2, 3.2, 3.7, 4.3
ГОСТ 7699-78	2.7	ГОСТ 29251-91	4.3
ГОСТ 9147-80	3.2		

## 5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)

## 6. ИЗДАНИЕ (апрель 2003 г.) с Изменениями № 2, 3, 4, 5, утвержденными в октябре 1978 г., августе 1980 г., июне 1982 г., сентябре 1989 г. (ИУС 11-78, 10-80, 9-82, 1-90)

Редактор *Т.Н. Шашина*  
Технический редактор *Н. С. Гришанова*  
Корректор *А.С. Черноусова*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 29.05.2003. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 115 экз.  
С 10779. Зак. 483.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Коломенский пер., 14,  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)

Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.

Филиал ИПК Издательство стандартов – тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лязгин пер., 6.  
Пар № 080102

**Поправка к ГОСТ 3623—73 Молоко и молочные продукты. Методы определения пастеризации**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 2.2, четырнадцатый абзац	перекись водорода «медицинская» по ГОСТ 10929, 0,5 %-ный раствор	водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 177 медицинская или по ГОСТ 10929, х.ч., 0,5 %-ный раствор
Пункт 2.7, второй абзац	перекись водорода «медицинская» по ГОСТ 10929, 0,5 %-ный раствор;	водорода перекись (пероксид) по ГОСТ 177 медицинская или по ГОСТ 10929, х.ч., 0,5 %-ный раствор;
Информационные данные, пункт 4	—	ГОСТ 177—88   2.2, 2.7

(ИУС № 6 2011 г.)