
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
54759—
2011

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА

Методы определения массовой доли крахмала

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 948-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения1
2 Нормативные ссылки1
3 Термины и определения2
4 Отбор и подготовка проб3
5 Условия проведения измерений3
6 Поляриметрический метод3
7 Йодометрический метод5
8 Проверка приемлемости результатов определений10
9 Оформление результатов10
10 Требования безопасности11
Приложение А (обязательное) Пример определения массы крахмала (m)11
Библиография12

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА

Методы определения массовой доли крахмала

Milk products. Methods for determination of starch mass fraction

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки молока в части составных и молокосодержащих продуктов (далее — продукты) и устанавливает поляриметрический и йодометрический методы определения массовой доли крахмала.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый безводный. Технические условия

ГОСТ 450 Реактивы. Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь II сернокислая 5-водная. Технические условия.

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10931 Реактивы. Натрий молибденовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13928 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 22300 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26809.1 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29248 Консервы молочные. Йодометрический метод определения сахара

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюреи. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30305.2 Консервы молочные сгущенные и продукты молочные сухие. Методика выполнения измерений массовой доли сахара (поляриметрический метод)

ГОСТ 30648.7 Продукты молочные для детского питания. Методы определения сахара

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 51652 Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья. Технические условия¹⁾

ГОСТ Р 52501 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54667 Молоко и продукты переработки молока. Методы определения массовой доли сахара

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

П р и м е ч а н и е — При использовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, установленные нормативным правовым актом Российской Федерации [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 поляриметрический метод: Метод физических исследований, основанный на измерении степени поляризации света и угла поворота плоскости поляризации света при прохождении его через оптически активные вещества.

3.2 йодометрический метод: Титриметрический метод, основанный на реакции между свободным йодом и серноватисто-натриевой солью.

¹⁾ Заменен на ГОСТ 5962—2013.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 13928, ГОСТ 26809.1.

4.2 Подготовка проб

4.2.1 Творог и творожные продукты помещают в фарфоровую ступку, тщательно растирают. Пробы сухих продуктов помещают в фарфоровую ступку и тщательно перемешивают.

Продукты, содержащие фруктовые (овощные и др.) наполнители, но не содержащие сахарозу, нагревают на водяной бане до температуры $(32 \pm 2)^\circ\text{C}$, после чего полностью переносят из упаковки в стакан гомогенизатора и гомогенизируют в течение 1—3 мин при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 мин^{-1} до получения однородной массы.

Подготовленную пробу переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 250 cm^3 и охлаждают до температуры $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Во избежание расслоения пробу для анализа отбирают сразу же после гомогенизации.

4.2.2 Продукты с отделяемыми пищевкусовыми компонентами и декорированные (орехи, фруктовые наполнители в виде кусочков, печенье, вафли в виде декора, глазурь, начинки и другие отделяемые компоненты) максимально полно освобождают от наполнителей, глазури и декора, и далее как указано в 4.2.1.

5 Условия проведения измерений

При проведении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:
 температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
 относительная влажность воздуха $(55 \pm 25)\%$;
 атмосферное давление (95 ± 10) кПа.

6 Поляриметрический метод

Метод распространяется на продукты, не содержащие сахарозу.

6.1 Сущность метода

Метод основан на гидролизе крахмала после осаждения белков и липидов и измерении угла вращения плоскости поляризации полученным раствором.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Поляриметр (сахариметр) с диапазоном угла вращения плоскости поляризации от минус 40° до 130° , пределом абсолютной допускаемой погрешности не более $\pm 0,05^\circ$, с кюветами длиной 200 мм.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределом абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания $\pm 0,002$ г.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Термометр лабораторный ртутный диапазоном измерения от 0°C до 100°C , ценой деления шкалы $1,0^\circ\text{C}$ по ГОСТ 28498.

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры в интервале 20°C — 100°C с погрешностью $\pm 2^\circ\text{C}$.

Гомогенизатор роторный с четырехлопастным ножом, угловой скоростью вращения ножей 1000—10000 мин^{-1} , включающий емкость вместимостью $1,0 \text{ дм}^3$.

Колбы 1-100-2, 2-100-2, 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1, 2-2-1, 1-2-5, 2-2-5 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-25-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-150, Кн-2-150 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-100, В-2-100 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки типа В, диаметром 75 мм, ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3 .

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х. ч., раствор массовой концентрации 150 г/дм^3 .

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. плотностью 1,19 г/см³.

Кислота фосфорно-вольфрамовая, х. ч., раствор массовой концентрации 40 г/дм³.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931, х. ч., раствор массовой концентрации 150 г/дм³.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, х. ч., раствор массовой концентрации 300 г/дм³.

Эфир этиловый по ГОСТ 22300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реагентов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.3 Подготовка к проведению измерений

6.3.1 Приготовление 1,124 %-ного раствора соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 25,4 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.3.2 Приготовление раствора сернокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (30,00 ± 0,01) г сернокислого цинка, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.3.3 Приготовление раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (15,00 ± 0,01) г железистосинеродистого калия, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.3.4 Приготовление раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 100 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (10,00 ± 0,01) г молибденовокислого аммония, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.3.5 Приготовление раствора молибденовокислого натрия массовой концентрации 150 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (15,00 ± 0,01) г молибденовокислого натрия, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С в бутыли из темного стекла — не более 1 мес.

6.3.6 Приготовление раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты массовой концентрации 40 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (4,00 ± 0,01) г фосфорно-вольфрамовой кислоты, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С в бутыли из темного стекла — не более 1 мес.

6.4 Проведение измерений

6.4.1 В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (5,00 ± 0,01) г продукта, подготовленного по 4.2.1. Добавляют 25 см³ раствора соляной кислоты (6.3.1) и перемешивают содержимое легким встряхиванием. Затем в колбу добавляют еще 25 см³ раствора соляной кислоты по 6.3.1 и перемешивают.

Мерную колбу помещают в течение (15 ± 1) мин на кипящую водяную баню так, чтобы вода покрывала широкую часть колбы. Первые 3 мин содержимое колбы перемешивают, аккуратно встряхивая. Необходимо следить, чтобы кипение воды в водяной бане не прекращалось из-за погружения колбы.

По истечении 15 мин колбу извлекают из водяной бани, а к ее содержимому приливают 20 см³ холодной дистиллированной воды. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 1) °С под струей проточной воды.

6.4.2 Белковые вещества в растворе осаждают, добавляя 1 см³ раствора сернокислого цинка по 6.3.2. Содержимое тщательно перемешивают и добавляют, энергично встряхивая, 1 см³ раствора железистосинеродистого калия по 6.3.3.

Примечание — При плохом разделении белков допускается проводить осаждение белка, добавляя 5 см³ раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 100,0 г/дм³ по 6.3.4 или 3 см³ раствора молибденовокислого натрия массовой концентрации 150,0 г/дм³ по 6.3.5, а также 5 см³ раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты массовой концентрации 40,0 г/дм³.

Пену, образующуюся в растворе после добавления осадителей, необходимо погасить, добавив 1—2 капли этилового эфира.

После оседания пены объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки.

Затем содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу вместимостью 150 см³.

6.4.3 Первую мутную порцию фильтрата удаляют. Последующим фильтратом заполняют поляриметрическую кювету таким образом, чтобы при повороте кюветы в вертикальное положение раствор выступал над краями кюветы в виде выпуклого мениска.

Кювету закрывают покровным стеклом, не допуская образования в ней пузырьков воздуха.

После проверки нулевой точки на шкале поляриметра кювету с раствором помещают в желоб поляриметра и закрывают крышкой. Фильтрат поляризуют, добиваясь однородности окраски поля.

В момент достижения однородности окраски поля снимают отсчет показаний шкалы поляриметра.

6.4.4 Кювету заполняют раствором дважды и каждый раз делают по 3—5 отсчетов по шкале сахариметра, при этом расхождения между максимальным и минимальным значениями отсчетов не должны превышать 0,1 градуса шкалы.

Среднеарифметическое значение результатов показаний шкалы сахариметра (P) находят из 6—10 отсчетов.

6.5 Обработка результатов измерений

6.5.1 Массовую долю крахмала в продукте X , %, вычисляют по формуле

$$X = P \cdot K \cdot 100, \quad (1)$$

где P — показание поляриметра, градус шкалы;

K — переводной коэффициент, равный 1,879.

Примечание — Переводной коэффициент рассчитан при длине кюветы поляриметра 200 мм. При использовании кюветы длиной 400 мм результат, полученный по формуле, необходимо разделить на 2.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 8.

6.5.2 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли крахмала поляриметрическим методом при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли крахмала, %	Предел повторяемости $r_{отн.} \%$	Предел воспроизводимости $R_{отн.} \%$	Границы относительной погрешности $\pm \delta, \%$
От 2,0 до 10,0	17	35	22

7 Йодометрический метод

7.1 Сущность метода

Метод основан на окислении альдегидных групп моносахаридов, образующихся при гидролизе крахмала в кислой среде двухвалентной медью, восстановлении оксида меди (II) (CuO) в оксид меди (I) (Cu_2O) и последующем йодометрическом титровании.

Метод распространяется на продукты, в том числе содержащие сахара.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания $\pm 0,2$ мг и $\pm 0,02$ г.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (158 ± 2) °C.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Бюретки 1-1(2)-1-25-0,05, 1-1(2)-2-5-0,02 по ГОСТ 29251.

Колбы 1-50-2, 2-50-2, 1-100-2, 2-100-2, 1-250-2, 2-250-2, 1-1000-2, 2-1000-2 ТХС по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1, 1-2-10, 2-2-10, 1-2-20, 2-2-20, 1-2-25, 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-10-2, 1-100-2, 3-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-150, Кн-2-150 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-100, В-1-150, В-2-100, В-2-150 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36-80, В-100-150 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-400-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Сетка асбестовая.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, раствор массовой концентрации 150 г/дм³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а., раствор массовой концентрации 300 г/дм³.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота серная по ГОСТ 4204, 25 %-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 10 %-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор в насыщенном растворе хлористого натрия.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., раствор массовой концентрации 100 г/дм³.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ Р 51652.

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, раствор массовой концентрации 300 г/дм³.

Эфир серный.

Вода для лабораторного анализа второй степени чистоты (бидистиллированная) по ГОСТ Р 52501.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7.3 Подготовка к проведению измерений

7.3.1 Приготовление раствора сернокислой меди (раствор Фелинга)

Раствор Фелинга готовят непосредственно перед употреблением, смешивая равные объемы растворов № 1 и 2.

Раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают $(40,000 \pm 0,001)$ г перекристаллизованной сернокислой меди и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор № 2. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают $(200,000 \pm 0,001)$ г виннокислого калия-натрия и $(150,000 \pm 0,001)$ г гидроокиси натрия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

7.3.2 Приготовление 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (1,000 ± 0,001) г фенолфталеина и растворяют в 70 см³ этилового спирта. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

7.3.3 Приготовление раствора йодистого калия массовой концентрации 300 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (30,000 ± 0,001) г йодистого калия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в темном месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

7.3.4 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала в насыщенном растворе хлористого натрия

(1,000 ± 0,001) г крахмала, растворяют в 10 см³ насыщенного раствора хлористого натрия. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при непрерывном помешивании в 90 см³ кипящего насыщенного раствора хлористого натрия. Горячий готовый раствор крахмала отфильтровывают в бутылку и закрывают ее пробкой.

Крахмал допускается разливать в маленькие бутылки, закрыть ватными пробками и пастеризовать.

Срок хранения раствора при температуре (6 ± 2) °С — не более 6 мес.

7.3.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 100 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (10,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

7.3.6 Приготовление раствора сернокислого цинка массовой концентрации 300 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (30,000 ± 0,001) г сернокислого цинка и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

7.3.7 Приготовление раствора железистосинеродистого калия массовой концентрации 150 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (15,000 ± 0,001) г железистосинеродистого калия и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в темном месте в склянке из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

7.3.8 Приготовление раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) (Na₂S₂O₃ · 5H₂O) молярной концентрации 0,1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают (24,800 ± 0,001) г тиосульфата натрия, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, прибавляют (0,200 ± 0,001) г безводного углекислого натрия и перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия можно использовать свежепрокипяченную дистиллированную воду. Охлаждают воду в колбе с закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками прокаленного или гранулированного хлористого кальция.

Срок хранения раствора в темном месте в склянке из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

7.3.9 Приготовление 10 %-ного раствора соляной кислоты

Мерным цилиндром отмеривают 240 см³ концентрированной соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют дистиллированной водой до метки.

7.3.10 Приготовление 25 %-ного раствора серной кислоты

Мерным цилиндром отмеривают 100 см³ концентрированной серной кислоты и осторожно, небольшими порциями, приливают к 530 см³ дистиллированной воды. После охлаждения раствор тщательно перемешивают.

7.3.11 Массовую долю сахаров в продукте определяют в соответствии с требованиями ГОСТ Р 54667, ГОСТ 29248, ГОСТ 30305.2, ГОСТ 30648.7.

7.4 Проведение измерений

7.4.1 В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают (20,000 ± 0,001) г пробы продукта, подготовленного по 4.2, взвешенного до третьего знака после запятой, добавляют небольшими порциями 80 см³ 10 %-ного раствора соляной кислоты по 7.3.9, одновременно размешивая пробу стеклянной палочкой.

Колбу подсоединяют к обратному холодильнику и кипятят в течение 15 мин, периодически перемешивая.

Затем колбу охлаждают под струей холодной воды до температуры (20 ± 2) °С. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, используя дистиллированную воду. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, при этом уровень отделившегося жира должен располагаться над меткой мерной колбы. Раствор тщательно перемешивают.

Содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр. 25 см³ фильтрата вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1 каплю раствора фенолфталеина по 7.3.2 и нейтрализуют фильтрат раствором гидроокиси натрия по 7.3.5 до появления от одной капли щелочи красноватой окраски. Добавляют в колбу по каплям 10 %-ный раствор соляной кислоты по 7.3.9 до исчезновения красноватой окраски и еще 2—3 капли для обеспечения слабокислой реакции раствора.

Для осветления гидролизата и осаждения белков к раствору в колбе добавляют 1,5 см³ раствора железистосинеродистого калия по 7.3.7 и 1,5 см³ раствора сернокислого цинка по 7.3.6. Колбу с содержимым охлаждают до комнатной температуры, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки (в случае образования пены добавляют 1—3 капли серного эфира), перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

7.4.2 10 см³ фильтрата (при контрольном определении — 10 см³ дистиллированной воды) вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ жидкости Фелинга по 7.3.1, перемешивают и кипятят в течение 3 мин.

После кипячения колбу с содержимым тотчас же охлаждают холодной водой, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и дают осесть выпавшей засыпи меди.

В коническую колбу вместимостью 150 см³ вносят 20 см³ отстоявшейся жидкости, последовательно добавляют цилиндром 10 см³ раствора йодистого калия по 7.3.3 и 10 см³ 25 %-ного раствора серной кислоты по 7.3.10. Желтовато-коричневый от выделившегося йода раствор сразу титруют раствором тиосульфата натрия по 7.3.8 до слабо-желтой окраски. Затем добавляют 1 см³ раствора крахмала по 7.3.4 и продолжают титрование медленно (с промежутками между каплями 5—6 с) до полного исчезновения синей окраски раствора. Так же проводят титрование контрольного раствора.

7.5 Обработка результатов измерений

7.5.1 Для вычисления массовой доли крахмала предварительно вычисляют объем 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия (V), см³, по формуле

$$V = \frac{K \cdot (V_0 - V_1) \cdot 100}{20}. \quad (2)$$

где K — поправка к титру раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, вычисленная до четвертого десятичного знака по ГОСТ 25794.2;

V_0 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

100 — разбавление гидролизата после кипячения, см³;

20 — объем титруемого раствора, см³.

Затем определяют соответствующую этому объему массу крахмала (m), мг, по таблице 2 (см. пример в приложении А) и выражают ее в граммах.

Таблица 2

Объем 0,1 моль/дм ³ раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса крахмала, мг	Объем 0,1 моль/дм ³ раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса крахмала, мг	Объем 0,1 моль/дм ³ раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса крахмала, мг
1	2,8	8	23,1	15	45,0
2	5,6	9	26,1	16	48,3
3	8,4	10	29,2	17	51,6
4	11,3	11	32,3	18	54,9
5	14,2	12	35,4	19	58,2
6	17,1	13	38,6	20	61,6
7	20,1	14	41,8		

7.5.2 Массовую долю крахмала в продукте X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{250 \cdot 50 \cdot 100 \cdot m}{20 \cdot 25 \cdot 10} = 250 \cdot m, \quad (3)$$

где 250 — объем гидролизата, см³;

50 — разбавление гидролизата после нейтрализации и осаждения белков, см³;

m — масса крахмала, определенная по таблице 2 и выраженная в граммах;

20 — масса пробы продукта, г;

25 — объем гидролизата для нейтрализации и осаждения белков, см³;

10 — объем гидролизата для кипячения, см³.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 8.

7.5.3 Массовую долю крахмала в продукте с сахаром X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = L - \frac{250 \cdot 50 \cdot 100 \cdot m}{20 \cdot 25 \cdot 10} = L - 250 \cdot m, \quad (4)$$

где L — массовая доля сахара, определенная в соответствии с требованиями ГОСТ Р 54667, ГОСТ 29248, ГОСТ 30305.2, ГОСТ 30648.7 (7.3.11 настоящего стандарта), %;

250 — объем гидролизата, см³;

50 — разбавление гидролизата после нейтрализации и осаждения белков, см³;

m — масса крахмала, определенная по таблице 2 и выраженная в граммах;

20 — масса пробы продукта, г;

25 — объем гидролизата для нейтрализации и осаждения белков, см³;

10 — объем гидролизата для кипячения, см³.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 8.

7.5.4 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли крахмала йодометрическим методом при $P = 0,95$ приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой доли крахмала, %	Предел повторяемости $r_{\text{отн}}$ %	Предел воспроизводимости $R_{\text{отн}}$ %	Границы относительной погрешности $\pm \delta$, %
От 1,0 до 10,0	15	30	22

8 Проверка приемлемости результатов определений

8.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли крахмала в исследуемых продуктах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \leq r_{\text{отн}} \cdot 0,01 \cdot X_{\text{ср}},$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли крахмала в анализируемых продуктах, полученные в условиях повторяемости, %;

$X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

$r_{\text{отн}}$ — предел повторяемости (сходимости), %, значение которого приведены в таблицах 1 и 3.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные определения и проверку приемлемости результатов определений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

8.2 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли крахмала в анализируемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.2.1).

Результаты определений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \leq R_{\text{отн}} \cdot 0,01 \cdot X_{\text{ср}},$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух параллельных определений, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

$X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

$R_{\text{отн}}$ — предел воспроизводимости, %, значения которого приведены в таблицах 1 и 3.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли крахмала в анализируемых продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{\text{ср}} \pm \delta \cdot 0,01 \cdot X_{\text{ср}}, \%, \text{ при } P = 0,95,$$

где $X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (таблицы 1 и 3).

10 Требования безопасности

10.1 Требования к помещениям

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реагентами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009.

10.2 Требования к операторам

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

Приложение А (обязательное)

Пример определения массы крахмала (*m*)

А.1 Пример определения массы крахмала (*m*) по таблице 2 приведен в А.2.

А.2 Если на титрование 20 см³ контрольного раствора израсходовано 3,5 см³ (*V*₀) раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ с поправкой *K* = 0,99, а на титрование 20 см³ анализируемого раствора израсходовано 2,2 см³ (*V*₁), то объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (*V*), см³, равен

$$V = \frac{0,99 \cdot (3,5 - 2,2) \cdot 100}{20} = 6,435. \quad (A.1)$$

По таблице 2 находим соответствующую массу крахмала:

6 см³ раствора соответствуют массе крахмала 17,1 мг;

0,435 см³ раствора — (3,0 · 0,435) = 1,305.

где 3,0 — разность значений массы крахмала для 6 и 7 см³ раствора тиосульфата натрия.

Массу крахмала *m*, г, вычисляют следующим образом:

$$m = 17,1 + 1,305 = 18,405 \text{ мг} = 0,018405 \text{ г.}$$

Библиография

- [1] Федеральный закон № 88-ФЗ от 12 июня 2008 г. «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (с изменением)

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354

ОКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, продукты переработки молока, поляриметрический метод, йодометрический метод, массовая доля крахмала, термины и определения, сущность метода, отбор проб, подготовка к проведению измерений, обработка результатов измерений, контроль точности результатов измерений, границы относительной погрешности, оформление результатов, требования безопасности

Редактор Н.Е. Рагузина
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор Е.Д. Дульяева
Компьютерная верстка Е.А. Кондрашовой

Сдано в набор 01.11.2019. Подписано в печать 12.11.2019. Формат 80×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов.

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru