Группа Н39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения сахарозы

Food concentrates.
Methods for determination of sucrose

ГОСТ 15113.6—77*

Взамен ГОСТ 15113.5—69

МКС 67.050
ОКСТУ 9109

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 августа 1977 г. № 2027 дата введения установлена

01.01.79

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

Настоящий стандарт распространяется на пищевые концентраты, в рецептуру которых входит сахар-песок или сахар-рафинад, и устанавливает методы определения массовой доли сахарозы.

Сахароза — тростниковый или свекловичный сахар. Как пищевой продукт вырабатывается в виде кристаллического белого сахара-песка с массовой долей сахарозы 99,90 % или сахара-рафинада, в котором массовая доля сахарозы 99,75 %.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 15113.0—77.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРОЗЫ ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на объемном определении массы сахаров до инверсии (редуцирующих сахаров) и после инверсии (суммы инвертного сахара-сахарозы и редуцирующих сахаров), а также их способности восстанавливать в щелочной среде соли меди (II) до оксида меди (I). Массовую долю восстановленной сахарозы определяют по объему раствора перманганата калия, израсходованному на титрование соли железа (II) — продукта взаимодействия соли железа (III) и оксида меди (I).

2.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88* с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности; с наибольшим пределом взвешивания 1,0 кг, 3-го класса точности.

Баня водяная или термостат, позволяющий поддерживать температуру в пределах от 30 до 80 °С с отклонением до 0,5 °С от заданной.

Насос Комовского или масляный, или насос водоструйный по ГОСТ 25336—82.

Бюретки вместимостью 25 и 50 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100, 250 и 1000 $см^3$, исполнения 2, 2-го класса точности.

Колбы с тубусом по ГОСТ 25336—82 вместимостью 500 $см^3$.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 $см^3$.

Пипетки мерные, исполнения 2, 1-го класса точности вместимостью 1, 5, 20 и 50 $см^3$.

Термометр стеклянный технический с диапазоном измерения от 0 до 100 °С с ценой деления 1 °С или термометр стеклянный жидкостный (нертутный) с диапазоном измерения от минус 20 до плюс 100 °С с ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498—90.

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., декабре 1986 г. (ИУС 8—84, 3—87).

Воронка фильтрующая тип ВФ, Пор-10 по ГОСТ 25336—82.
Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 10, 50 и 250 $см^3$.
Трубка Аллина (для приготовления асбестового фильтра).
Часы песочные на 3 мин.
Плитка электрическая нагревательная по ГОСТ 14919—83.
Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, х.ч., или натрий щавелевокислый по ГОСТ 5839—77, х.ч.
Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328—77, раствор массовой концентрацией 100 и 200 $г/дм^3$.
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.
Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79.
Квасцы железоаммонийные по НД, насыщенный на холоде раствор.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч., плотностью 1,19 $г/см^3$ и 1,103 $г/см^3$.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч., плотностью 1,84 $г/см^3$.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч., плотностью 1,41 $г/см^3$.
Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.
Метиловый красный.
Цинк сернокислый по ГОСТ 4174—77, раствор массовой концентрацией 300 $г/дм^3$.
Асбест крупно- и мелковолокнистый.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207—75, раствор массовой концентрацией 150 $г/дм^3$.
Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 25, 50 $см^3$.
Капельница лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336—82.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.
Бумага индикаторная универсальная.

Примечание. Допускается применение импортных приборов, метрологические характеристики которых не ниже отечественных аналогов.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. *Приготовление насыщенного раствора железоаммонийных квасцов*

К 250 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов, насыщенного на холоде, прибавляют 25 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор перемешивают, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор квасцов не должен содержать солей железа (II), наличие которых проверяют добавлением к 20 $см^3$ раствора квасцов одной—двух капель раствора марганцовокислого калия (при полном окислении солей железа (II) розовый цвет раствора от добавленного окислителя не должен обесцвечиваться в течение 1 мин, в противном случае следует добавить 1—2 капли раствора окислителя).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.2. *Приготовление раствора марганцовокислого калия*

5 г марганцовокислого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,0004 г, растворяют в 1 $дм^3$ предварительно прокипяченной дистиллированной воды. Раствор переливают в темную склянку и выдерживают не менее 8 сут 1 $см^3$ раствора соответствует 10 мг меди.

Для установления титра марганцовокислого калия около 0,25 г щавелевокислого аммония или натрия, взвешенных с погрешностью не более 0,0001 г, растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды в конической колбе и добавляют 2 $см^3$ серной кислоты. Раствор нагревают на водяной бане до (85 ± 5) °С и титруют раствором марганцовокислого калия до розовой окраски.

Титр марганцовокислого калия T_{KMnO_4} выражают в миллиграммах меди в 1 $см^3$ и вычисляют по формуле

$$T_{KMnO_4} = \frac{m \cdot K \cdot 1000}{v},$$

где m — масса навески щавелевокислого аммония или натрия, г;

K — коэффициент пересчета щавелевокислых солей на медь (для щавелевокислого аммония $K = 0{,}8951$; для щавелевокислого натрия $K = 0{,}9488$);

v — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование, $см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.3. *Приготовление сернокислой меди (раствор Фелинга № 1).*

Навеску массой 40 г сернокислой меди растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$.

2.3.4. *Приготовление виннокислого калия-натрия — соль сегнетова (раствор Фелинга № 2).*

Навеску массой 200 г сегнетовой соли растворяют при слабом нагревании в 400—500 $см^3$ дистиллированной воды и фильтруют через складчатый фильтр. Фильтрат охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют раствор 150 г гидроксида натрия и 200—300 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают и доводят общий объем до метки.

2.3.5. *Приготовление асбестового фильтра*

Стеклянную трубку Аллина при помощи резиновой пробки вставляют в колбу для отсасывания, соединенную с насосом, в трубку помещают стеклянный шарик с отростком и небольшой слой крупноволокнистого асбеста; приводят в действие насос и в трубку наливают взмученный в воде мелковолокнистый асбест в таком количестве, чтобы в трубке образовался слой асбеста высотой в 1 см. Для уплотнения асбест слегка отжимают стеклянной палочкой.

Примечание. Асбест предварительно обрабатывают крепким раствором азотной кислоты, затем раствором гидроксида натрия массовой концентрацией 200 $г/дм^3$, хорошо промывают горячей водой, просушивают и прокаливают. Асбест «для тиглей Гуча» обработки не требует.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.6. *Приготовление раствора соляной кислоты плотностью 1,103 $г/см^3$*

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ переносят пипетками 50,8 $см^3$ раствора соляной кислоты плотностью 1,190 $г/см^3$ и доводят объем содержимого колбы до метки дистиллированной водой.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.4. Проведение испытания

Из аналитической пробы концентрата в стеклянный стакан вместимостью 25; 50 $см^3$ берут навеску массой 1,5—10 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г из такого расчета, чтобы массовая доля сахаров в растворе, который будет получен из навески, находилась в пределах 0,3—1,0 %. Для продуктов с массовой долей сахарозы 30; 45; 64 % масса навески должна в среднем составлять 2,5; 2,0 и 1,3 г.

Навеску количественно через воронку переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ с помощью 150 $см^3$ дистиллированной воды и при частом взбалтывании оставляют на один час для перехода сахаров в раствор. Для осветления раствора и освобождения от растворимых в воде компонентов, мешающих определению сахаров, в колбу приливают раствор сернокислого цинка (1 $см^3$ — при анализе киселей, 3 $см^3$ — в случае полуфабрикатов мучных изделий, 2 $см^3$ — для остальных видов концентратов). Осторожно перемешивают раствор вращательными движениями, затем добавляют раствор железистосинеродистого калия в тех же объемах, что и раствор сернокислого цинка. Содержимое колбы снова осторожно перемешивают и оставляют на 5—10 мин.

Прозрачность слоя жидкости над осадком свидетельствует о полноте осаждения мешающих определению сахаров компонентов. Если надосадочная жидкость остается непрозрачной, то добавляют еще по 1 $см^3$ растворов осадителей. Затем содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Полученный фильтрат используют для определения сахаров.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4.1. *Определение сахаров до инверсии*

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ приливают последовательно пипетками по 20 $см^3$ растворов Фелинга № 1 и № 2. После перемешивания в колбу переносят пипеткой 20 $см^3$ фильтрата, содержимое колбы перемешивают, нагревают до кипения и кипятят в течение 3 мин, считая с момента появления первых пузырьков.

Прекратив нагревание, выпавшему осадку оксида меди дают несколько осесть (жидкость над осадком должна быть ярко-синего цвета). Горячую жидкость фильтруют при слабом разрежении через фильтрующую воронку со стеклянным фильтром (предварительно нанести на него мелковолокнистый асбест слоем 1 см) или специально приготовленный асбестовый фильтр, избегая, по возможности, попадания осадка на фильтр.

Колбу и фильтр промывают несколько раз кипящей дистиллированной водой до исчезновения щелочной реакции промывных вод. Осадок оксида меди (I) должен быть все время покрыт жидкостью во избежание соприкосновения его с воздухом и перехода оксида меди (I) в оксид меди (II).

Колбу с тубусом освобождают от фильтрата и промывных вод и тщательно промывают сначала водопроводной, затем дистиллированной водой.

В колбу с осадком оксида меди приливают 20—30 см^3 раствора железоаммонийных квасцов, растворяют осадок, полученный раствор переносят на фильтр и собирают в колбе для отсасывания.

После растворения всего осадка оксида меди колбу и фильтр промывают несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды.

Содержимое колбы с тубусом титруют раствором марганцовокислого калия до неисчезающего слабо-розового окрашивания.

Объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование фильтрата, умножают на титр, выраженный в миллиграммах меди, и по табл. 1 находят массу сахаров до инверсии в 20 см^3 испытуемого раствора.

Таблица 1

Определение массы сахаров до инверсии

Масса меди, мг	Масса редуцирующих сахаров, мг									
	Медь, десятые доли миллиграмма									
	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
20	9,80	9,85	9,90	9,95	10,00	10,05	10,10	10,15	10,20	10,25
21	10,30	10,35	10,40	10,45	10,50	10,55	10,60	10,65	10,70	10,75
22	10,80	10,85	10,90	10,95	11,00	11,06	11,12	11,18	11,24	11,30
23	11,35	11,40	11,45	11,50	11,55	11,60	11,65	11,70	11,75	11,80
24	11,85	11,90	11,95	12,00	12,05	12,10	12,15	12,20	12,25	12,30
25	12,35	12,40	12,45	12,50	12,55	12,60	12,65	12,70	12,75	12,80
26	12,85	12,90	12,95	13,00	13,05	13,10	13,15	13,20	13,25	13,30
27	13,35	13,40	13,45	13,50	13,55	13,60	13,65	13,70	13,75	13,80
28	13,85	13,90	13,95	14,00	14,06	14,12	14,18	14,24	14,30	14,35
29	14,40	14,45	14,50	14,55	14,60	14,65	14,70	14,75	14,80	14,85
30	14,90	14,95	15,00	15,05	15,10	15,15	15,20	15,25	15,30	15,35
31	15,40	15,45	15,50	15,55	15,60	15,65	15,70	15,75	15,80	15,85
32	15,90	15,95	16,00	16,05	16,10	16,15	16,20	16,25	16,30	16,35
33	16,40	16,45	16,50	16,55	16,60	16,65	16,70	16,75	16,80	16,85
34	16,90	16,95	17,00	17,05	17,10	17,15	17,20	17,25	17,30	17,35
35	17,40	17,45	17,50	17,55	17,60	17,65	17,70	17,75	17,80	17,85
36	17,90	17,95	18,00	18,06	18,12	18,18	18,24	18,30	18,35	18,40
37	18,45	18,50	18,55	18,60	18,65	18,70	18,75	18,80	18,85	18,90
38	18,95	19,00	19,05	19,10	19,15	19,20	19,25	19,30	19,35	19,40
39	19,45	19,50	19,55	19,60	19,65	19,70	19,75	19,80	19,85	19,90
40	19,95	20,00	20,06	20,12	20,18	20,24	20,30	20,35	20,40	20,45
41	20,50	20,55	20,60	20,65	20,70	20,75	20,80	20,85	20,90	20,95
42	21,00	21,06	21,12	21,18	21,24	21,30	21,35	21,40	21,45	21,50
43	21,55	21,60	21,65	21,70	21,75	21,80	21,85	21,90	21,95	22,00
44	22,06	22,12	22,18	22,24	22,30	22,35	22,40	22,45	22,50	22,55
45	22,60	22,65	22,70	22,75	22,80	22,85	22,90	22,95	23,00	23,06
46	23,12	23,18	23,24	23,30	23,35	23,40	23,45	23,50	23,55	23,60
47	23,69	23,70	23,75	23,80	23,85	23,90	23,95	24,00	24,06	24,12
48	24,18	24,24	24,30	24,35	24,40	24,45	24,50	24,55	24,60	24,65
49	24,70	24,75	24,80	24,85	24,90	24,95	25,00	25,06	25,12	25,18
50	25,24	25,30	25,35	25,40	25,45	25,50	25,55	25,60	25,65	25,70
51	25,75	25,80	25,85	25,90	25,95	26,00	26,06	26,12	26,18	26,24
52	26,30	26,35	26,40	26,45	26,50	26,55	26,60	26,65	26,70	26,75
53	26,80	26,85	26,90	26,95	27,00	27,06	27,12	27,18	27,24	27,30
54	27,35	27,40	27,45	27,50	27,55	27,60	27,65	27,70	27,75	27,80
55	27,85	27,90	27,95	28,00	28,06	28,12	28,18	28,24	28,30	28,35
56	28,40	28,45	28,50	28,55	28,60	28,65	28,70	28,75	28,80	28,85
57	28,90	28,95	29,00	29,06	29,12	29,18	29,24	29,30	29,35	29,40
58	29,45	29,50	29,55	29,60	29,65	29,70	29,75	29,80	29,85	29,90
59	29,95	30,00	30,06	30,12	30,18	30,24	30,30	30,36	30,42	30,48
60	30,54	30,60	30,65	30,70	30,75	30,80	30,85	30,90	30,95	31,00

Массу сахаров до инверсии m_1, мг, допускается вычислять по формуле

$$m_1 = 4{,}52 \cdot 10^{-4} \cdot m_{Cu}^2 + 4{,}81 \cdot 10^{-1} \cdot m_{Cu},$$

$$m_{Cu} = T_{KMnO_4} \cdot V,$$

где m_{Cu} — масса меди, мг;

T_{KMnO_4} — титр раствора марганцовокислого калия, выраженный в миллиграммах меди в 1 см^3 раствора;

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4.2. *Определение сахаров после инверсии*

50 см^3 фильтрата, подготовленного к испытанию по п. 2.4 настоящего стандарта, переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и приливают с помощью мерного цилиндра 10 см^3 соляной кислоты плотностью 1,103 г/см^3.

Колбу выдерживают в термостате или на водяной бане при температуре (62±2) °С в течение 10 мин. Затем содержимое колбы быстро охлаждают до комнатной температуры, нейтрализуют раствором гидроксида натрия массовой концентрацией 100 г/дм^3 в присутствии метилового красного до появления желтого окрашивания, затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор перемешивают и отбирают для анализа не более 20 см^3. При высоком содержании инвертного сахара в растворе отбирают для анализа меньший объем, который затем доводят до 20 см^3 дистиллированной водой.

Полученный раствор (после инверсии) испытывают согласно п. 2.4.1, и по табл. 2 находят массу сахаров после инверсии.

Таблица 2

Определение массы сахаров после инверсии

Масса меди, мг	Масса инвертного сахара, мг									
	Медь, десятые доли миллиграмма									
	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
21	10,4	10,44	10,48	10,53	10,56	10,60	10,64	10,68	10,72	10,76
22	10,8	10,82	10,91	10,96	11,01	11,06	11,10	11,15	11,20	11,24
23	11,3	11,36	11,40	11,45	11,50	11,55	11,60	11,64	11,69	11,74
24	11,8	11,85	11,89	11,93	11,97	12,00	12,04	12,08	12,12	12,16
25	12,2	12,27	12,35	12,38	12,44	12,50	12,56	12,62	12,68	12,74
26	12,8	12,87	12,92	12,97	13,02	13,06	13,11	13,15	13,20	13,25
27	13,3	13,34	13,39	13,44	13,49	13,55	13,60	13,65	13,70	13,75
28	13,8	13,85	13,91	13,98	14,04	14,09	14,16	14,22	14,28	14,34
29	14,4	14,45	14,50	14,55	14,61	14,66	14,71	14,76	14,81	14,85
30	14,9	14,96	15,02	15,08	15,13	15,18	15,22	15,26	15,30	15,35
31	15,4	15,44	15,48	15,52	15,56	15,60	15,64	15,67	15,71	15,75
32	15,8	15,85	15,89	15,94	15,98	16,02	16,08	16,13	16,18	16,23
33	16,3	16,36	16,41	16,46	16,51	16,56	16,61	16,66	16,70	16,74
34	16,8	16,85	16,90	16,94	16,99	17,04	17,09	17,14	17,19	17,25
35	17,3	17,35	17,40	17,45	17,50	17,55	17,61	17,65	17,70	17,76
36	17,8	17,84	17,89	17,94	17,99	18,04	18,09	18,14	18,20	18,25
37	18,3	18,35	18,40	18,44	18,48	18,53	18,59	18,64	18,70	18,75
38	18,8	18,85	18,90	18,94	18,98	19,02	19,06	19,10	19,13	19,17
39	19,2	19,27	19,34	19,39	19,44	19,49	19,55	19,61	19,67	19,73
40	19,8	19,87	19,92	19,97	20,02	20,07	20,11	20,16	20,21	20,26
41	20,3	20,36	20,41	20,46	20,50	20,55	20,60	20,65	20,70	20,75
42	20,8	20,86	20,92	20,98	21,04	21,10	21,16	21,20	21,28	21,35
43	21,4	21,46	21,51	21,57	21,62	21,67	21,72	21,77	21,82	21,86
44	21,9	21,97	22,03	22,10	22,16	22,22	22,28	22,34	22,40	22,45
45	22,5	22,55	22,60	22,65	22,70	22,74	22,79	22,86	22,90	22,94
46	23,0	23,06	23,12	23,18	23,24	23,30	23,37	23,43	23,48	23,55
47	23,6	23,65	23,69	23,74	23,80	23,86	23,91	23,96	24,00	24,05
48	24,1	24,15	24,21	24,26	24,30	24,35	24,40	24,44	24,49	24,55
49	24,6	24,66	24,71	24,77	24,83	24,89	24,95	25,01	25,08	25,14
50	25,2	25,25	25,31	25,36	25,42	25,48	25,53	25,57	25,61	25,65

Продолжение табл. 2

Масса меди, мг	Масса инвертного сахара, мг									
	Медь, десятые доли миллиграмма									
	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
51	25,7	25,77	25,81	25,87	25,91	25,96	26,01	26,05	26,10	25,14
52	26,2	26,26	26,31	26,37	26,42	26,47	26,52	26,57	26,61	26,65
53	26,7	26,75	26,80	26,86	26,91	26,96	27,01	27,06	27,10	27,14
54	27,2	26,25	27,30	27,35	27,40	27,45	27,50	27,55	27,60	27,65
55	27,7	27,76	27,81	27,86	27,91	27,96	28,02	28,06	28,11	28,16
56	28,2	28,27	28,33	28,40	28,45	28,52	28,58	28,64	28,70	28,75
57	28,8	28,87	28,93	29,00	29,05	29,12	29,18	29,24	29,30	29,35
58	29,4	29,46	29,53	29,59	29,65	29,71	29,77	29,83	29,89	29,94
59	30,0	30,05	30,09	30,14	30,17	30,22	30,25	30,28	30,32	30,35
60	30,4	30,47	30,54	30,60	30,66	30,71	30,77	30,82	30,88	30,94
61	31,0	31,06	31,11	31,16	31,21	31,26	31,31	31,36	31,41	31,45
62	31,5	31,56	31,61	31,66	31,71	31,76	31,81	31,86	31,91	31,95
63	32,0	32,03	32,07	32,10	32,13	32,16	32,19	32,21	32,24	32,26
64	32,3	32,32	32,34	32,36	32,38	32,40	32,42	32,44	32,46	32,48
65	32,5	32,58	32,67	32,75	32,83	32,90	32,98	33,05	33,13	33,22
66	33,3	33,39	33,47	33,57	33,65	33,75	33,84	33,94	34,03	34,12
67	34,2	34,27	34,34	34,41	34,48	34,55	34,62	34,69	34,76	34,83
68	34,9	34,94	34,99	35,04	35,09	35,14	35,19	35,24	35,30	35,36
69	35,4	35,44	35,49	35,54	35,59	35,64	35,69	35,74	35,80	35,86
70	35,9	35,94	35,99	36,04	36,09	36,14	36,19	36,24	36,30	36,36
71	36,4	36,46	36,52	36,58	36,64	36,70	36,77	36,83	36,89	36,94
72	37,0	37,04	37,08	37,12	37,16	37,20	37,24	37,28	37,32	37,36
73	37,4	37,46	37,52	37,58	37,64	37,70	37,77	37,83	37,89	37,94
74	38,0	38,05	38,10	38,15	38,21	38,26	38,30	38,35	38,40	38,46
75	38,5	38,55	38,60	38,65	38,71	38,76	38,80	38,85	38,90	38,95
76	39,0	39,06	39,12	39,18	39,24	39,30	39,37	39,43	39,49	39,54
77	39,6	39,66	39,72	39,78	39,84	39,90	39,97	40,03	40,09	40,14
78	40,2	40,25	40,30	40,35	40,41	40,46	40,50	40,55	40,60	40,65
79	40,7	40,76	40,82	40,88	40,94	41,01	41,06	41,12	41,18	41,23
80	41,3	41,37	41,44	41,52	41,59	41,66	41,73	41,79	41,84	41,93

Массу сахаров после инверсии m_2, мг, допускается вычислять по формуле

$$m_2 = 5{,}20 \cdot 10^{-4} \cdot m_{Cu}^2 + 4{,}74 \cdot 10^{-1} \cdot m_{Cu}.$$

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю сахаров до инверсии X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot 20 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса сахаров до инверсии или масса редуцирующих сахаров, мг, определяемая по табл. 1 или по формуле, указанной в п. 2.4.1;

V_1 — объем вытяжки, приготовленной из навески, см^3;

m — масса навески исследуемого концентрата, г;

20 — объем фильтрата, взятый для определения сахаров, см^3.

2.5.2. Массовую долю сахаров после инверсии X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3 \cdot 50 \cdot 1000},$$

где m_2 — масса сахаров после инверсии или сумма редуцирующих и инвертного сахаров, мг, определяемая по табл. 2 или по формуле, указанной в п. 2.4.2;

V_2 — объем, до которого доведен раствор после инверсии, см^3;

V_3 — объем раствора, взятый для определения сахаров после инверсии, см^3;

50 — объем фильтрата, взятый для проведения инверсии, см^3.

2.5.3. Массовую долю сахарозы S, %, вычисляют по формуле

$$S = 0{,}95\ (X_1 - X),$$

где 0,95 — коэффициент пересчета инвертного сахара на сахарозу;

X_1 — массовая доля сахаров после инверсии, %;

X — массовая доля сахаров до инверсии, %.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Результат вычислений округляют до первого десятичного знака.

2.5.1—2.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРОЗЫ РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на использовании установленной зависимости между концентрацией и показателем преломления водных растворов сахарозы.

Метод предназначен для определения содержания сахарозы в сладких блюдах, сухих продуктах для детского и диетического питания, полуфабрикатах мучных изделий и сухих завтраках.

3.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Рефрактометр лабораторный по НД с пределом допускаемой погрешности измерения показателя преломления не более $2 \cdot 10^{-4}$.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности и с наибольшим пределом взвешивания 1,0 кг, 3-го класса точности.

Баня водяная.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 250 $см^3$, исполнения 2, 2-го класса точности.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 250 $см^3$.

Стаканы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50, 100 $см^3$.

Палочки стеклянные.

Кальций хлористый кристаллический, раствор массовой концентрацией 40 $г/дм^3$.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х.ч., плотностью 1,070 $г/см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Примечание. Допускается применение импортных приборов, метрологические характеристики которых не ниже отечественных аналогов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Подготовка к испытанию

Нулевую точку рефрактометра проверяют по дистиллированной воде.

Показатель преломления воды при температуре 20 °С равен 1,3330; температурные отклонения вызывают изменения показателя преломления воды, указанные в табл. 3.

Таблица 3

Температура, °С	Показатель преломления воды	Температура, °С	Показатель преломления воды
15	1,3335	23	1,3327
16	1,3334	24	1,3326
17	1,3333	25	1,3325
18	1,3332	26	1,3324
19	1,3331	27	1,3323
20	1,3330	28	1,3322
21	1,3329	29	1,3321
22	1,3328	30	1,3320

Если показатели преломления воды при температуре измерения не соответствуют показателям, указанным в табл. 3, необходимо рефрактометр отрегулировать специальным ключом.

3.4. Проведение испытания

3.4.1. Для определения сахарозы в концентратах сладких блюд, полуфабрикатах мучных изделий, сухих завтраках и других пищевых концентратах, содержащих сахар, из подготовленной аналитической пробы отбирают в стеклянный стакан навески следующих концентратов, г:

киселей, желе, муссов 25
полуфабрикатов мучных изделий 20
сухих завтраков (хлопьев, палочек) 10
воздушных зерен 5
смеси пряностей для колбасных изделий 25

Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,01 г.

Навеску количественно переносят через сухую воронку в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, при испытании кукурузных палочек — в колбу вместимостью 250 $см^3$.

В колбу добавляют дистиллированной воды до 3/4 ее объема и содержимое перемешивают 15—20 мин, при испытании сухих завтраков — содержимое колбы хорошо взбалтывают и оставляют на один час при периодическом взбалтывании. При исследовании продуктов, содержащих молоко, добавляют 0,5 $см^3$ уксусной кислоты плотностью 1,070 $г/см^3$. Затем в колбу приливают дистиллированную воду до метки, перемешивают содержимое и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу.

Из полученного фильтрата хорошо оплавленной стеклянной палочкой наносят две-три капли на призму рефрактометра и определяют показатель преломления по левой шкале прибора. Во время определения показателя преломления линия раздела светлого и темного полей должна быть резко выражена.

При отсчете показателя преломления необходимо отмечать температуру измерения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4.2. Для определения сахарозы в заварном креме из подготовленной аналитической пробы отбирают в стаканчик 20 г продукта с погрешностью не более 0,01 г, приливают небольшой объем теплой дистиллированной воды и все тщательно размешивают стеклянной палочкой. Содержимое стаканчика переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, ополаскивая стаканчик несколько раз теплой дистиллированной водой.

В колбу приливают 5 $см^3$ раствора хлористого кальция, содержимое колбы тщательно перемешивают. Затем колбу помещают в кипящую баню и нагревают в течение 10 мин при частом взбалтывании. Содержимое колбы охлаждают при взбалтывании до комнатной температуры, доливают дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр в сухую коническую колбу. В фильтрате определяют показатель преломления по п. 3.4.1.

3.4.3. Для определения сахарозы в молочных смесях из аналитической пробы отбирают 10 г продукта с погрешностью не более 0,01 г, переносят через сухую воронку в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 50 $см^3$ дистиллированной воды и оставляют на 15—20 мин, периодически взбалтывая. Прибавляют 0,6 $см^3$ раствора уксусной кислоты плотностью 1,070 $г/см^3$, доливают колбу до метки дистиллированной водой, перемешивают содержимое и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. В фильтрате определяют показатель преломления по п. 3.4.1.

3.4.2.—3.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Обработка результатов

Массовую долю сахарозы S_1, %, вычисляют по формуле

$$S_1 = (H_1 - H) \cdot 10000 \cdot K,$$

где H — показатель преломления дистиллированной воды при температуре измерения;

H_1 — показатель преломления испытуемого раствора при температуре измерения;

K — коэффициент пересчета показателя преломления на массовую долю сахарозы в исследуемом концентрате.

Коэффициент пересчета (K) характеризует состав растворимой части пищевого концентрата, является постоянным при неизменной его рецептуре и должен регистрироваться в лабораторном журнале контроля качества готовой продукции, выпускаемой предприятием.

При разногласиях в оценке качества, при изменении рецептуры концентрата или при выработке продукции нового наименования значение коэффициента пересчета (K) определяют экспериментально. Для этого по рецептуре составляют два образца исследуемого концентрата так, чтобы масса

каждого была не менее 250 г и тщательно перемешивают. Из полученной смеси готовят аналитическую пробу, отбирают из нее две навески для приготовления водных вытяжек, как указано в п. 3.4.1, и определяют их показатели преломления.

По приведенной выше формуле рассчитывают значение K (в этом случае S_1 — массовая доля сахарозы, взятая согласно рецептуре, %) и записывают в лабораторный журнал контроля качества готовой продукции вместе с другими данными, характеризующими продукт: дата и номер смены, рецептура продукта, номер партии сырья и его краткая характеристика.

Значения S_1 и K для пищевого концентрата одного и того же состава необходимо определять при одинаковых условиях, то есть масса навески и вместимость мерной колбы для водной вытяжки анализируемого концентрата должны быть неизменными.

За окончательный результат испытания при определении массовой доли сахарозы принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат вычислений округляют до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРОЗЫ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ПОЛЯРИМЕТРИИ

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении изменения угла вращения плоскости поляризации исследуемого раствора до и после инверсии сахарозы.

Метод предназначен для определения сахарозы в сладких блюдах, не содержащих яблочного экстракта, и полуфабрикатах мучных изделий.

4.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Поляриметр автоматический типа А 1-ЕПО с допускаемой погрешностью измерения не более 0,01° круговой шкалы или сахариметр типа СУ-3, СУ-4 с допускаемой погрешностью измерения не более 0,05°линейной шкалы.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Баня водяная или термостат, позволяющий поддерживать температуру в пределах от 30 до 80 °С с отклонением до 0,5 °С от заданной.

Термометр стеклянный технический с диапазоном измерения от 0 до 100 °С с ценой деления 1 °С или термометр стеклянный жидкостный (нертутный) с диапазоном измерения от минус 20 до плюс 100 °С, с ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498—90.

Секундомер.

Колбы Кольрауша или мерные исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 100; 250 $см^3$ по ГОСТ 1770—74.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82, диаметром 75, 100 мм.

Пипетки исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 5; 10; 50 $см^3$.

Колбы конические вместимостью 100; 250 $см^3$ по ГОСТ 25336—82.

Палочки стеклянные оплавленные.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174—77, х.ч., раствор массовой концентрацией 300 $г/дм^3$.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207—75, раствор массовой концентрацией 150 $г/дм^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч., плотностью 1,190 и 1,103 $г/см^3$.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Примечание. Допускается применение импортных приборов, метрологические характеристики которых не ниже отечественных аналогов.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Приготовление раствора соляной кислоты плотностью 1,103 $г/см^3$ по п. 2.3.6.

4.4. Проведение испытания

4.4.1. Из аналитической пробы пищевого концентрата берут навеску массой 13 г с погрешностью не более 0,001 г, количественно переносят в мерную колбу с помощью воронки и дистиллированной воды. В колбу на 3/4 ее объема прибавляют дистиллированную воду и при периодическом взбалтывании оставляют на 40 мин для перехода сахарозы в раствор.

Затем для осаждения белков и осветления раствора добавляют следующие осадители: сначала 2 см^3 раствора сернокислого цинка, а после осторожного перемешивания — 2 см^3 раствора железистосинеродистого калия. Содержимое колбы осторожно перемешивают вращательными движениями и оставляют на 5—10 мин.

Прозрачность раствора над осадком свидетельствует о полноте осаждения мешающих определению сахарозы компонентов. Если надосадочная жидкость остается непрозрачной, то добавляют еще по 1 см^3 растворов осадителей.

После полного осаждения мешающих определению сахарозы компонентов содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр, выливая на фильтр сразу все содержимое колбы. Первую порцию фильтрата (около 10—15 см^3) отбрасывают, чтобы избежать ошибки за счет адсорбционных потерь на фильтре.

4.4.2. *Определение угла вращения плоскости поляризации раствора до инверсии*

Поляриметрическую трубку или кювету дважды заполняют фильтратом, приготовленным по п. 4.4.1, помещают в камеру поляриметра и измеряют угол вращения плоскости поляризации, затем находят среднеарифметическое значение двух измерений.

При работе на сахариметре трубку или кювету заполняют фильтратом и делают пять отсчетов по его шкале (измерения повторяют 2 раза). Находят среднеарифметическое значение угла вращения по десяти отсчетам.

Если рабочая температура при измерении угла вращения плоскости поляризации на сахариметре или поляриметре отлична от температуры 20 °С, то для нахождения значения угла вращения α^{20} при температуре 20 °С делают пересчет по формуле

$$\alpha^{20} = \frac{\alpha^{t}}{1 + 0{,}000143\,(t - 20)},$$

где t — рабочая температура измерения, °С;

α^{20} — угол вращения при температуре 20 °С, градус шкалы;

α^{t} — угол вращения при рабочей температуре, градус шкалы.

4.4.3. *Определение угла вращения плоскости поляризации раствора после инверсии*

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 50 см^3 фильтрата, подготовленного к испытанию по п. 4.4.1, прибавляют 20 см^3 дистиллированной воды, затем медленно, при перемешивании, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты плотностью 1,103 г/см^3, приготовленной согласно п. 2.3.6. Колбу помещают в термостат или на водяную баню и выдерживают 10 мин при температуре (62±2) °С, непрерывно перемешивают, вращая содержимое колбы.

Затем колбу быстро охлаждают до температуры 20 °С под струей проточной воды и доводят объем колбы до метки дистиллированной водой. Раствор тщательно перемешивают и измеряют величину угла вращения α^{t}, приведя его величину к α^{20}, если температура измерения отлична от температуры 20 °С.

4.5. *Обработка результатов*

4.5.1. Массовую долю сахарозы S_2, %, при измерении на сахариметре, вычисляют по формуле

$$S_2 = \frac{(\alpha_s - 2\alpha'_s)}{1{,}315} \cdot \frac{V_1}{100} \cdot \frac{26}{m} \cdot \frac{2}{l},$$

где α_s — угол вращения плоскости поляризации фильтрата до инверсии при температуре 20 °С, градус линейной шкалы сахариметра;

α'_s — угол вращения плоскости поляризации раствора после инверсии при температуре 20 °С, градус линейной шкалы сахариметра;

V_1 — объем вытяжки, полученной из навески пищевого концентрата, см^3;

m — масса навески исследуемого концентрата, г;

1,315 — фактор Клерже, характеризующий изменение угла вращения раствора, содержащего массу нормальной навески сахарозы, после инверсии;

26 — масса нормальной навески сахарозы, г;

$\frac{2}{l}$ — фактор приведения длины применяемой поляриметрической трубки (l, дм) к длине нормальной трубки (2 дм).

4.5.2. Массовую долю сахарозы S_2, %, при измерении на поляриметре вычисляют по формуле

$$S_2 = \frac{(\alpha - 2\alpha')}{1{,}315 \cdot 0{,}3462} \cdot \frac{V_1}{100} \cdot \frac{26}{m} \cdot \frac{2}{l},$$

где α — угол вращения плоскости поляризации фильтрата до инверсии при температуре 20 °С, градус круговой шкалы;

α' — угол вращения плоскости поляризации раствора после инверсии при температуре 20 °С, градус круговой шкалы;

0,3462 — коэффициент приведения линейной шкалы сахариметра к круговой шкале поляриметра.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Результат вычислений округляют до первого десятичного знака.

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Исключены, Изм. № 2).**