

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 4229—83
	МОЛОКО СГУЩЕННОЕ С САХАРОМ Методы определения массовой доли общего белка	
		Группа Н19
1. МАКРОМЕТОД 1.1. Сущность метода Метод заключается в разрушении пробы концентрированной серной кислотой и серноокислым калием в присутствии катализатора — серноокислой меди — последовательном подщелачивании, перегонке, титровании освободившегося аммиака и последующем пересчете результатов на белок. 1.2. Общие положения 1.2.1. Для проведения испытаний применяют реактивы квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты. 1.2.2. Испытания проводят в помещениях, свободных от паров аммиака. 1.3. Пробы 1.3.1. Техника отбора проб — по СТ СЭВ 1745—79. 1.3.2. Подготовка проб — по СТ СЭВ 823—77. 1.4. Аппаратура Для проведения испытания применяют: 1) весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 g и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,0002 g; 2) колбу Кьельдаля вместимостью 500 см³; 3) мерные цилиндры вместимостью 50 и 100 см³; 4) аппаратуру для перегонки по Парнас-Вагнеру, колбу вместимостью 500 см³ или другую аналогичную аппаратуру; 5) колбу Эрленмейера вместимостью 200 см³; 6) бюретку вместимостью 50 см³ и ценой деления 0,05 см³ без времени ожидания; 7) стакан химический вместимостью 50 см³; 8) шпатель; 9) бутылку для воды, промывалку; 10) термометры с диапазоном измерения от 0 до 100 °C с ценой деления шкалы 1 °C;		
Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству в области стандартизации Прага, июль 1983 г.		

11) аппаратуру для сжигания.

1.5. Реактивы и материалы

Для проведения испытания применяют:

1) кислоту серную (H_2SO_4) концентрированную безазотистую $\rho_{20} = 1840 \text{ kg/m}^3$.

2) кислоту серную, раствор с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ или кислоту соляную, раствор с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$;

3) медь сернокислую пятиводную ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$);

4) калий сернокислый безводный (K_2SO_4);

5) кислоту борную (H_3BO_3), раствор с массовой концентрацией 40 g/dm^3 ;

6) гидроокись натрия (NaOH) безазотистый, раствор с массовой концентрацией 330 g/dm^3 (33 %);

7) смешанный индикатор Таширо готовят растворением 2 g метилового красного ($\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_3$) и 1 g метиленового голубого ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{ClS}$) в 1000 cm^3 этилового спирта (95 %). Раствор хранят в склянках из темного стекла в холодном темном месте. Допускается применять и другие индикаторы аналогичного действия;

8) материал, облегчающий кипение, обезжиренный, непористый, недробящийся при употреблении: стеклянные шарики, кушочки карбида кремния. Применение материала необязательно;

9) сахарозу ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$).

1.6. Подготовка к испытанию

1.6.1. Отобранную пробу нагревают до температуры $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$.

1.6.2. Проводят согласно п. 1.7 контрольный опыт, применяя вместо сгущенного молока с сахаром $1,5\text{—}2,0 \text{ cm}^3$ дистиллированной воды или воды аналогичного качества или $1,5\text{—}2,0 \text{ g}$ сахарозы.

1.7. Проведение испытания

1.7.1. $1,5\text{—}2,0 \text{ g}$ сгущенного молока с сахаром отвешивают в колбу Кьельдаля и прибавляют 20 cm^3 концентрированной серной кислоты. Добавляют 10 g сернокислого калия и $0,05 \text{ g}$ сернокислой меди, смесь нагревают под вытяжкой сначала над малым пламенем до удаления основного количества воды, затем при температуре $(360 \pm 20)^\circ\text{C}$ до тех пор, пока содержимое колбы станет прозрачным и бесцветным или слабо зеленоватым.

1.7.2. Содержимое колбы охлаждают до температуры $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$, осторожно добавляют 50 cm^3 воды, перемешивают и количественно переносят в колбу для перегонки при трехкратном дополнительном промывании порциями воды по 30 cm^3 . Затем проводят подщелачивание 80 cm^3 раствора гидроокиси натрия. Образовавшийся аммиак отгоняют в потоке водяного пара при хорошем охлаждении.

В качестве приемника применяют колбу Эрленмейера, в кото-

рую наливают 50 см³ раствора борной кислоты и 2—3 капли индикатора Таширо и помещают колбу для перегонки под холодильник установки таким образом, чтобы нижний конец холодильника был полностью погружен в жидкость. Перегонка считается законченной, если в течение 30 min содержимое колбы Эрленмейера составит 100 см³. За несколько минут до конца перегонки колбу ставят ниже и конец охлаждающей трубки ополаскивают дистиллированной водой. Жидкость в колбе титруют раствором серной или соляной кислоты до изменения окраски в фиолетовую.

Проводят два параллельных определения.

1.8. Обработка результатов

1.8.1. Массовую долю азота (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot F \cdot 0,14}{m}, \quad (1)$$

где V — объем серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ или соляной кислоты с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_1 — объем серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ или соляной кислоты с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

F — коэффициент серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ или соляной кислоты, с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, определенный до четвертого десятичного знака, 1 см³ серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ или соляной кислоты с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, соответствует 1,4 mg азота;

m — масса навески, g.

1.8.2. Массовую долю белка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = X_1 \cdot 6,38, \quad (2)$$

где X_1 — массовая доля азота, вычисленная по формуле (1), %;
6,38 — коэффициент пересчета.

1.8.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,06 % белка. Разница в результатах определений массовой доли белка, проведенных в 2-х лабораториях, не должна превышать 0,12 % белка.

1.9. Настоящий макрометод является арбитражным.

2. ПОЛУМИКРОМЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод заключается в разрушении пробы раствором селена в серной кислоте, последовательном подщелачивании, перегонке, титровании освободившегося аммиака и последующем пересчете результатов на белок.

2.2. Общие положения

Общие положения по п. 1.2.

2.3. Пробы

2.3.1. Техника отбора проб — по СТ СЭВ 1745—79.

2.3.2. Подготовка проб — по СТ СЭВ 823—77.

2.4. Аппаратура

Для проведения испытания применяют:

1) весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 g и допускаемой погрешностью взвешивания не более $\pm 0,0002$ g;

2) пипетку или дозировочный шприц вместимостью 1 см³;

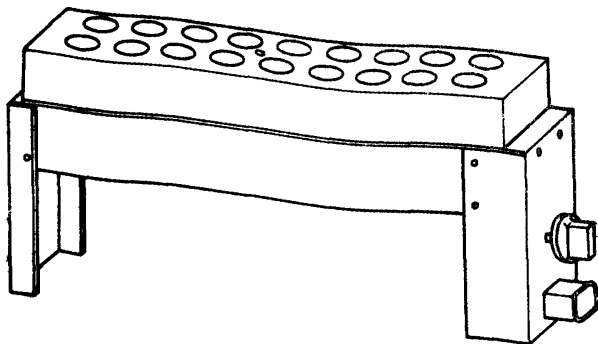
3) бюретку вместимостью 25 см³ и ценой деления 0,05 см³ без времени ожидания;

4) полумикроаппаратуру Кьельдаля, состоящую из:

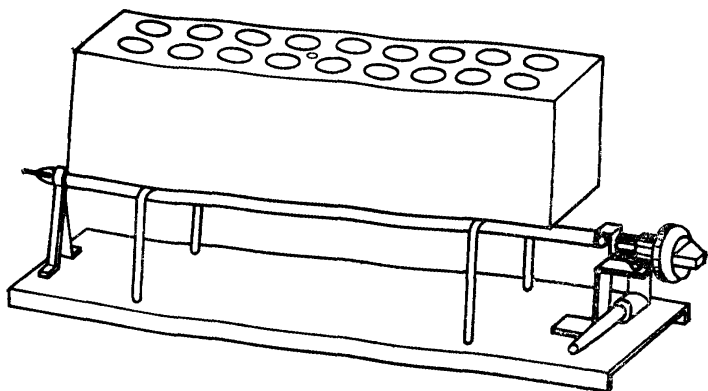
— алюминиевого блока 400×100×90 мм с 18 отверстиями диаметром 33 мм, глубиной 85 до 90 мм, нагреваемого газом или электроэнергией (черт. 1 и 2);

Трехступенчатый включатель

900 W
J 200 W
J 800 W



Черт. 1



Черт. 2

— колб разложения и перегонки по Конраду цилиндрических, длиной 195 мм, диаметром 32 мм, с нормальным шлифом 19, вместимостью 100 см³, с дном, выполненным в виде конуса под углом от 108 до 128° (черт. 3);

5) аппаратуру для перегонки;

6) бюретку предохранительную или экспресс-бюретку вместимостью не менее 4 см³;

7) воронку;

8) колбу Эрленмейера вместимостью 100 см³;

9) цилиндры мерные вместимостью 1000 см³ и 100 см³;

10) термометры с диапазоном измерения от 0 до 400 °С, с ценой деления шкалы 1 °С и от 0 до 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С;

11) стакан химический вместимостью 400 см³;

12) шпатель;

13) бутылку для воды, промывалку;

14) реле часовое.

2.5. Реактивы и материалы

Для проведения испытания применяют:

1) раствор селена в серной кислоте готовят следующим образом: 5 г селена растворяют в 1000 см³ концентрированной серной кислоты плотностью $\rho = 1840 \text{ kg/m}^3$ и нагревают до получения бесцветной жидкости;

2) кислоту серную с $(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$;

3) натрия гидроксид, (NaOH) раствор с массовой концентрацией 330 г/дм³ (33 %);

4) кислоту борную, (H_3BO_3) раствор с массовой концентрацией 20 g/dm^3 (2 %);

5) индикатор Таширо — смесь из 100 cm^3 метилового красного раствора $= 0,3 \text{ g/dm}^3$ (в 70 %-ном спирте) и 15 cm^3 раствора метиленового голубого (в воде) $= 1 \text{ g/dm}^3$. Раствор хранят в склянках из темного стекла в холодном темном месте;

6) тимолфталейн 1 g/dm^3 , спиртовой раствор, по СТ СЭВ 809—77;

7) сахарозу ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$).

2.6. Подготовка к испытанию

2.6.1. Отобранную пробу нагревают до температуры $(20 \pm 2)^\circ \text{C}$.

2.6.2. Проводят контрольный опыт, применяя вместо сгущенного молока с сахаром $0,5 \text{ cm}^3$ дистиллированной воды или $0,5 \text{ g}$ сахарозы.

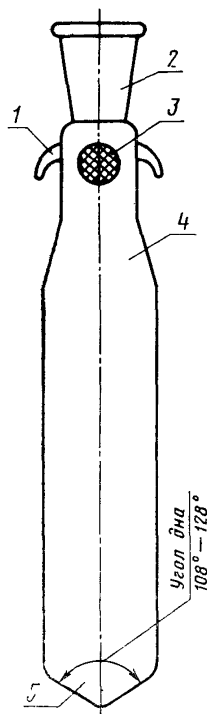
2.7. Проведение испытания

$0,50 \text{ g}$ сгущенного молока с сахаром взвешивают в колбе разложения и прибавляют 4 cm^3 раствор селена в серной кислоте. При помощи насыпной воронки и шпателя добавляют от $0,5$ до 1 g сернокислого калия и взбалтывают. Колбы разложения нагревают в алюминиевом нагревательном блоке до температуры $(360 \pm 10)^\circ \text{C}$ и при многократном взбалтывании выдерживают при этой температуре до тех пор, пока содержимое станет прозрачным и бесцветным. После охлаждения содержимое колбы разводят эквивалентным количеством дистиллированной воды, добавляют 2 капли раствора тимолфталейна и подключают колбу разложения к аппарату для перегонки.

В качестве приемника применяют колбу Эрленмейера, в которую наливают около 20 cm^3 раствора борной кислоты и несколько капель индикатора Таширо. Колбу помещают

таким образом, чтобы нижний конец холодильника был полностью погружен в жидкость.

К раствору разложения добавляют раствор гидроокиси натрия до перехода окраски раствора в синюю и дистиллируют в течение 3 min в потоке водяного пара. Через 2 min после перехода фиолетовой окраски раствора борной кислоты в зеленую приемник снимают, дистиллируют еще в течение 60 s и титруют $0,05 \text{ mol/dm}^3$



- 1—подвесной крючок;
2—нормальный шлиф;
3—матовая поверхность;
4—горло; 5—дно

Черт 3

раствором серной кислоты до перехода окраски в фиолетовую.

Проводят два параллельных определения.

2.8. Обработка результатов

2.8.1. Массовую долю азота (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot F \cdot 0,07}{m}, \quad (3)$$

где V_2 — объем серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$, израсходованный на титрование исследуемой пробы, cm^3 ;

V_3 — объем серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$, израсходованный на титрование контрольной пробы, cm^3 ,

F — коэффициент серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$, определенный до четвертого знака после запятой;

1 cm^3 серной кислоты с $(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$ соответствует 0,7 mg азота;

m — масса навески пробы в g .

2.8.2. Массовую долю белка (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = X_3 \cdot 6,38. \quad (4)$$

где X_3 — массовая доля азота, вычисленная по формуле (3), %;

6,38 — коэффициент пересчета.

2.8.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,04 % белка.

Разница в результатах определений массовой доли белка, проведенных в 2-х лабораториях, не должна превышать 0,08 % белка.

К о н е ц

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1 Автор — делегация ГДР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области пищевой промышленности
2. Тема — 20 400 19—81
- 3 Стандарт СЭВ утвержден на 53-м заседании ПКС
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ

Страны — члены СЭВ	Сроки начала применения стандарта СЭВ	
	в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	в народном хозяйстве
НРБ		
ВНР	Январь 1985 г	Январь 1985 г
СРВ		
ГДР	Январь 1985 г	Январь 1985 г
Республика Куба		
МНР		
ПНР		
СРР	Январь 1985 г.	—
СССР	Январь 1985 г.	—
ЧССР	Июль 1985 г.	Июль 1985 г

5 Срок первой проверки — 1990 г, периодичность проверки — 5 лет

Сдано в наб 11 11 83 Подп. в печ. 16 01 84 0,5 п л 05 усл кр. отт 0,48 уч изд л
Тир 860 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер, 3
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 3311