

## КОНДИТЕРСКИЕ ИЗДЕЛИЯ

Метод определения сухого обезжиренного остатка молока  
в шоколадных изделиях с молокомГОСТ  
10526—63Confectionery. Method for determination of fatless  
milk solids in chocolate milk productsМКС 67.190  
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.64

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и устанавливает метод определения массовой доли сухого обезжиренного остатка молока в шоколаде и шоколадных изделиях, шоколаде в порошке, какао-напитках и шоколадной глазури, содержащих молоко.

Метод основан на окислении альдоз щелочным раствором йода.  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

## А. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. Для проведения анализа должны применяться:

Колбы Кн-1—250—34 ТС и Кн-2—250—34 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные отливные 1—100—2, 1—250—2 и 1—500—2 или 2—100—2, 2—250—2 и 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—1, 6—2—1, 7—2—1, 2—2—5, 6—2—5, 7—2—5, 2—2—10, 6—2—10, 7—2—10, 2—2—25, 6—2—25 и 7—2—25 по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1—250 ТС и Н-1—250 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры отливные 1—50 и 1—100 или 3—50 и 3—100 по ГОСТ 1770.

Водяная баня.

Термометр с диапазоном измерения 100—200 °С с ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Медь серно-кислая (перекристаллизованная) по ГОСТ 4165, ч., х. ч.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, ч. д. а.,  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3 (1 \text{ н.}), 0,1 \text{ моль/дм}^3 (0,1 \text{ н.})$   
или калия гидроксид по ГОСТ 24363, ч. д. а.,  $c(\text{KOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3 (1 \text{ н.}), 0,1 \text{ моль/дм}^3 (0,1 \text{ н.})$ .

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., концентрированная.

Йод металлический по ГОСТ 4159, ч., ч. д. а.,  $c\left(\frac{1}{2}\text{J}_2\right) = 0,1 \text{ моль/дм}^3 (0,1 \text{ н.})$  или йод

$c\left(\frac{1}{2}\text{J}_2\right) = 0,1 \text{ моль/дм}^3 (0,1 \text{ н.})$ , стандарт-титр.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Натрий серноватисто-кислый по ГОСТ 27068 ч. д. а.,  $c(\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3 (0,1 \text{ н.})$ .

Крахмал по ГОСТ 7699 или по ГОСТ 7697, 1 %-ный раствор.

Метиловый оранжевый (раствор 0,2 г в 100 см<sup>3</sup> воды).

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104\*.

Бюретки 1—2—50—0,1 и 3—2—50—0,1 по ГОСТ 29252.

Воронки В-56—80 ХС или В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

\* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

## С. 2 ГОСТ 10526—63

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %.

Часы песочные на 10 мин.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже установленных стандартом, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### Б. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2. 10 г тонко наскобленного молочного шоколада, шоколада в порошке, какао-напитка с молоком растворяют в стакане с теплой водой (температура 40—50 °С) и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> (общее количество воды должно быть около 200 см<sup>3</sup>), приливают 10 см<sup>3</sup> раствора медного купороса (рекомендуется брать раствор Фелинга 1, содержащий в 1 дм<sup>3</sup> 69,28 г перекристаллизованного (CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O) и 4 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия с (NaOH) = = 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.). Содержимое колбы хорошо перемешивают, доливают водой до метки, снова перемешивают, дают постоять в течение 20—30 мин и фильтруют в сухую колбу. Полученный фильтрат, соответствующий 0,02 г исследуемого продукта в 1 см<sup>3</sup>, служит для определения лактозы и сахарозы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### В. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3. 25 см<sup>3</sup> фильтрата (соответствующее 0,5 г исследуемого продукта) вносят в коническую колбу вместимостью около 250 см<sup>3</sup>, прикрывают пробкой с продольной прорезью для сообщения с воздухом и с термометром, нагревают на водяной бане до 67—69 °С, прибавляют 2,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (120 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью концентрированной на 200 см<sup>3</sup> воды), перемешивают и выдерживают на водяной бане при указанной выше температуре точно 10 мин, после чего быстро охлаждают, прибавляют 1—2 капли метилового оранжевого и нейтрализуют полученный раствор 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроокиси натрия до слабокислой реакции (цвет жидкости из розового делается оранжево-желтым).

В полученную жидкость приливают 25 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода и при перемешивании 37,5 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. Колбу закрывают пробкой и ставят на 20 мин в темное место. После этого в колбу приливают 8 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и выделяющийся йод оттитровывают 0,1 моль/дм<sup>3</sup> серноватистокислого натрия в присутствии 1 см<sup>3</sup> 1 %-ного раствора крахмала, добавляемого перед самым концом титрования.

Снова берут 25 см<sup>3</sup> фильтрата, приготовленного по п. 2, приливают 25 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> йода и при перемешивании 37,5 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> гидроокиси натрия. Через 20 мин после выстаивания в темном месте приливают 8 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и выделившийся йод оттитровывают 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором серноватистокислого натрия.

4. Проводят контрольный опыт для определения соотношения между 0,1 моль/дм<sup>3</sup> йодом и 0,1 моль/дм<sup>3</sup> серноватистокислого натрия. Опыт проводят в условиях, описанных в п. 3, только вместо 25 см<sup>3</sup> фильтрата берут 25 см<sup>3</sup> воды.

3, 4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

### Г. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5. Массовую долю лактозы ( $L$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$L = \frac{n \cdot K \cdot 18,01 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot 10 \cdot 1000} = \frac{n \cdot K \cdot 18,01}{5} = n \cdot K \cdot 3,602 ,$$

где 18,01 — миллиэквивалент лактозы;

$n$  — объем раствора серноватистокислого натрия, соответствующий йоду, пошедшему на окисление альдоз до инверсии, в см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент нормальности серноватистокислого натрия.

6. Массовую долю сахарозы ( $S$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$S = \frac{(m-n) \cdot K \cdot 17,1 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot 10 \cdot 1000} = \frac{(m-n) \cdot K \cdot 17,1}{5} = (m-n) \cdot K \cdot 3,42 ,$$

где 17,1 — миллиэквивалент сахарозы;

$m$  — объем раствора серноватистокислого натрия, соответствующий йоду, пошедшему на окисление альдоз после инверсии, в см<sup>3</sup>;

$n$  — то же, до инверсии в см<sup>3</sup>.

7. Для получения более точных результатов следует в полученные значения массовой доли сахарозы и лактозы ввести поправки, так как небольшое количество йода затрачивается на окисление присутствующих в молоке других органических веществ и в том числе сахарозы.

Для лактозы эта поправка равна 3 % от вычисленного процента массовой доли, а для сахарозы — 1 %; эти поправки вычитают из вычисленных процентов массовой доли сахарозы и лактозы.

8. По найденной массовой доле лактозы, пользуясь таблицей, вычисляют массовую долю сухого обезжиренного остатка молока в испытуемом шоколаде.

%

Лактоза $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$	Сухой обезжиренный остаток молока	Лактоза $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$	Сухой обезжиренный остаток молока
0,19	0,36	7,04	13,3
0,38	0,72	7,23	13,7
0,57	1,08	7,43	14,0
0,76	1,44	7,62	14,4
0,95	1,80	7,81	14,8
1,14	2,20	8,00	15,1
1,33	2,5	8,19	15,5
1,52	2,9	8,38	15,8
1,71	3,2	8,57	16,2
1,90	3,6	8,76	16,6
2,09	4,0	8,95	16,9
2,28	4,3	9,14	17,3
2,48	4,7	9,33	17,6
2,67	5,0	9,52	18,0
2,86	5,4	9,71	18,3
3,05	5,8	9,90	18,7
3,24	6,1	10,09	19,0
3,43	6,5	10,28	19,4
3,62	6,8	10,47	19,7
3,81	7,2	10,66	20,1
4,00	7,6	10,85	20,4
4,19	7,9	11,04	20,8
4,38	8,3	11,23	21,1
4,57	8,6	11,42	21,5
4,76	9,0	11,61	21,8
4,95	9,4	11,80	22,2
5,14	9,7	11,99	22,5
5,33	10,1	12,18	22,9
5,52	10,4	12,37	23,2
5,71	10,8	12,56	23,6
5,90	11,2	12,75	23,9
6,09	11,5	12,94	24,3
6,28	11,9	13,13	24,6
6,47	12,2	13,32	25,0
6,66	12,6	13,51	25,3
6,85	13,0	13,70	25,7

## С. 4 ГОСТ 10526—63

5—8. (Измененная редакция, Изм. № 1).

9. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по абсолютной величине не должны превышать 1 %.

Результаты параллельных определений рассчитывают до второго десятичного знака. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

Пределы допускаемых значений погрешности измерения  $\pm 1,0$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

#### 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Комитетом по пищевой промышленности при Госплане СССР

##### РАЗРАБОТЧИКИ

**М. И. Мартынов**, канд. техн. наук; **Б. В. Кафка**, канд. техн. наук; **М. М. Истомина**, канд. техн. наук;

#### 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 13.06.63

#### 3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

#### 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1	ГОСТ 10163—76	1
ГОСТ 3118—77	1	ГОСТ 12026—76	1
ГОСТ 4159—79	1	ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 4165—78	1	ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 4232—74	1	ГОСТ 24363—80	1
ГОСТ 4328—77	1	ГОСТ 27068—86	1
ГОСТ 6709—72	1	ГОСТ 28498—90	1
ГОСТ 7697—82	1	ГОСТ 29169—91	1
ГОСТ 7699—78	1	ГОСТ 29252—91	1

#### 5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

#### 6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., июне 1990 г. (ИУС 9—85, 9—90)