

ГОСТ 29248—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ

## ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ САХАРОВ

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2009

## КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ

## Йодометрический метод определения сахаров

ГОСТ  
29248—91

Canned milk.

Iodometric method for determination of sugar

МКС 67.100.10  
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на сгущенные и сухие молочные консервы и устанавливает йодометрический метод определения массовой доли сахарозы и лактозы.

Метод основан на окислении редуцирующих сахаров (лактоза, глюкоза) избытком йода в щелочной среде и определении содержания сахара по разности между количеством взятого йода и избытком йода, определяемого титрованием тиосульфатом натрия.

## 1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Методы отбора проб молочных консервов и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные 2-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104\*.

Термометр лабораторный ртутный стеклянный с диапазоном измерения 0—100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная термостатируемая, позволяющая поддерживать температуру в диапазонах (20 ± 2) °С; (65 ± 5) °С; (73 ± 2) °С.

Стаканы В-1—50; В-1—100; В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—10—2; 3—50—2; 3—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4—2—1, 4—2—5, 4—2—10, 4—2—25, 2—2—25 по НТД.

Бюретки 1—2—50 по НТД.

Колбы 2—250—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2—250, Кн-2—500, Кн-2—750 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36—80, В-75—80 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 с концентрированной серной кислотой по ГОСТ 4204, плотностью 1840 кг/м<sup>3</sup> или прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 450.

Палочки стеклянные оплавленные.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Часы механические настольные 2-го класса точности по ГОСТ 3309.

Натрия гидроокись, х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4328, растворы молярной концентрации 1 и 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

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

Калий йодистый, ч.д.а. по ГОСТ 4232.

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

Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118, растворы молярной концентрации 7,3 и 0,5 моль/дм<sup>3</sup> и раствор, разбавленный 1:5.

Йод металлический, ч.д.а. по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Калий двухромовокислый, х.ч. по ГОСТ 4220, раствор молярной концентрации 0,017 моль/дм<sup>3</sup>.

Метиловый оранжевый (индикатор) 0,1 %-ный раствор.

Сахароза, ч.д.а. по ГОСТ 5833.

Натрий углекислый безводный, х.ч. по ГОСТ 83.

Известь натронная.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор.

Кальций хлористый, 2-водный по ТУ 6-09—5077.

Натрия тиосульфат, х.ч. по ГОСТ 244, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление раствора сернокислой меди

69,3 г перекристаллизованной сернокислой меди, не содержащей железа, взвешивают и растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

#### 3.2. Приготовление раствора соляной кислоты для инверсии молярной концентрации 7,3 моль/дм<sup>3</sup>

К 120 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> добавляют 80 см<sup>3</sup> воды.

#### 3.3. Приготовление раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>

12,7 г мелко растертого йода переносят в химический стакан вместимостью 100 или 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 20—25 г йодистого калия и 25 см<sup>3</sup> воды. Смесь время от времени перемешивают для ускорения растворения. Когда йод полностью растворится, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят объем его до метки, ополаскивая стакан водой, затем содержимое колбы хорошо перемешивают.

#### 3.4. Приготовление раствора двухромовокислого калия молярной концентрации 0,017 моль/дм<sup>3</sup>

4,9038 г перекристаллизованного двухромовокислого калия и высушенного при 160 °С переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют и доводят водой объем раствора до метки. Допускается приготовление раствора с использованием соответствующего стандартного раствора.

#### 3.5. Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>

24,8 г тиосульфата натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют, прибавляют 0,2 г безводного углекислого натрия и доводят объем раствора до метки. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют дистиллированную свежепрокипяченную воду. Охлаждают воду в колбе, закрытой пробкой, через которую проходит хлоркальциевая трубка, наполненная кусочками натронной извести.

3.6. Титр раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: в коническую колбу вместимостью 500—750 см<sup>3</sup> вносят 1—2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:5, 20 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия. Закрыв колбу пробкой, содержимое тщательно перемешивают, дают раствору постоять 5 мин, затем титруют раствором тиосульфата натрия, приливая его из бюретки постепенно, все время перемешивая жидкость. Когда коричневый цвет раствора перейдет в желтовато-зеленый, добавляют в колбу 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и для более четкого определения окончания титрования 250—300 см<sup>3</sup> воды. Титрование продолжают, приливая тиосульфат натрия по каплям до резкого перехода цвета раствора от синего до светло-зеленого.

Титр раствора тиосульфата натрия ( $T$ ), выраженный в граммах сахарозы, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,0171 \cdot 20}{V},$$

где 0,0171 — масса сахарозы, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г;

20 — объем раствора двухромовокислого калия, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 20 см<sup>3</sup> раствора двухромовокислого калия, см<sup>3</sup>.

Титр раствора тиосульфата натрия ( $T_1$ ), выраженный в граммах лактозы, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{0,01801 \cdot 20}{V},$$

где 0,01801 — масса лактозы, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г.

#### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ САХАРОЗЫ

##### 4.1 Проведение анализа

##### 4.1.1. *Приготовление фильтрата сгущенных молочных консервов*

Сгущенные молочные консервы восстанавливают. Для этого в химический стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup> взвешивают 100 г сгущенного молока с сахаром, кофе или какао со сгущенным молоком и с сахаром или 50 г сгущенных сливок с сахаром, кофе или какао со сгущенными сливками и сахаром.

Пробу растворяют в небольшом количестве воды температурой 60—70 °С (для свежеработанных консервов применяют воду комнатной температуры) и переносят количественно через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Закрывают колбу пробкой и содержимое ее тщательно перемешивают.

25 см<sup>3</sup> разведенных сгущенного молока с сахаром, кофе или какао со сгущенным молоком и сахаром вносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. 25 см<sup>3</sup> разведенных сгущенных сливок с сахаром, кофе или какао со сгущенными сливками и сахаром вносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Колбу доливают водой до половины и содержимое ее тщательно перемешивают.

В колбу вносят 10 см<sup>3</sup> раствора сернической меди, хорошо перемешивают и дают стоять 1 мин. Затем добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>, содержимое колбы вновь хорошо перемешивают круговыми движениями, не взбалтывая, чтобы не вбить воздух в осадок, и оставляют в покое на 5 мин. После проявления над осадком прозрачного слоя жидкости, что указывает на полноту осаждения, колбу доливают водой до метки, содержимое сильно взбалтывают и оставляют в покое на 20—30 мин. Затем жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Первые 25—30 см<sup>3</sup> фильтрата отбрасывают.

##### 4.1.2. *Приготовление фильтрата сухих молочных продуктов*

В химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> взвешивают 5 г сухих смесей для мороженого.

Прибавляют постепенно небольшими порциями 10 см<sup>3</sup> воду температурой 70—75 °С, растирая смесь стеклянной палочкой до получения однородной массы. Содержимое переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смывая стакан водой температурой (20 ± 2) °С. Общее количество жидкости в колбе доводят до 125—150 см<sup>3</sup>. Прибавляют в колбу 10 см<sup>3</sup> сернической меди. Далее фильтрат готовят, как указано в п. 4.1.1, в соответствии с методикой приготовления фильтрата для сгущенных молочных консервов.

##### 4.1.3. *Определение редуцирующей способности фильтрата до инверсии*

4.1.3.1. В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают пипеткой 25 см<sup>3</sup> фильтрата, приготовленного, как указано в пп. 4.1.1 или 4.1.2, что соответствует 0,5 г продукта, и 25 см<sup>3</sup> раствора йода. Смесь перемешивают и затем приливают из бюретки медленно, при постоянном перемешивании 37,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте на 20 мин при 20 °С.

4.1.3.2. Через 20 мин в колбу приливают 8 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм<sup>3</sup>, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, приливая его медленно при постоянном перемешивании, до светло-желтой окраски раствора. Затем

добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетовой окраски.

#### 4.1.4. Определение редуцирующей способности фильтрата после инверсии

25 см<sup>3</sup> фильтрата, приготовленного, как указано в пп. 4.1.1 или 4.1.2, вносят в другую коническую колбу и, закрыв неплотно колбу пробкой с пропущенным в нее термометром так, чтобы ртутный шарик находился в жидкости, нагревают колбу на водяной бане до температуры 65—70 °С.

Приоткрыв пробку, приливают в колбу пипеткой 2,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты молярной концентрации 7,3 моль/дм<sup>3</sup> для инверсии. Содержимое перемешивают круговыми движениями и колбу выдерживают в водяной бане при той же температуре 10 мин. при частом помешивании круговыми движениями в течение первых 3 мин. Не вынимая термометра, колбу быстро охлаждают до 20 °С под струей воды.

Затем добавляют в колбу 1 каплю раствора метилового оранжевого при непрерывном тщательном помешивании круговыми движениями и медленно приливают раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> до слабокислой реакции, при которой окраска раствора переходит из розовой в желтовато-оранжевую. Термометр вынимают из колбы, ополоснув его кончик первыми порциями раствора гидроокиси натрия в эту же колбу.

К нейтрализованному раствору приливают 25 см<sup>3</sup> раствора йода, затем медленно, при постоянном помешивании, 37,5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, закрывают колбу пробкой и оставляют в темном месте на 20 мин при 20 °С. Далее определение проводят, как указано в п. 4.1.3.2. Конец титрования устанавливают по переходу окраски из сине-фиолетовой в бледно-розовую.

#### 4.2. Обработка результатов

Массовую долю сахарозы ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 0,99 \cdot 100}{m},$$

где  $V_1$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование до инверсии, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование после инверсии, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах сахарозы;

0,99 — эмпирический коэффициент (поправка на реакцию фруктозы с йодом);

$m$  — проба продукта, соответствующая 25 см<sup>3</sup> фильтрата, взятая для титрования, равная 0,5 г.

Предел допускаемой погрешности результата измерения составляет  $\pm 1,5$  % массовой доли сахарозы при доверительной вероятности  $P = 0,95$  и расхождении между двумя параллельными определениями не более 0,3 % массовой доли сахарозы.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов вычислений двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

#### 4.3. Проведение контрольного анализа (для проверки точности приготвленных растворов)

В химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> взвешивают 43,5 г сахарозы, растворяют в цельном молоке и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки молоком. Раствор в колбе перемешивают круговыми движениями до полного растворения сахарозы. Такой раствор соответствует 100 г сгущенного молока с массовой долей сахарозы 43,5 %, разведенного водой до 250 см<sup>3</sup>.

Далее анализ проводят так, как указано в п. 4.1.4. Если в контрольном растворе вычисленное содержание сахарозы отличается от 43,5 % более чем на  $\pm 0,3$  %, то необходимо заменить растворы и внести соответствующую поправку в результаты расчета, полученные описанным выше йодометрическим методом.

**Примечание.** Вместо сахарозы — реактива ч.д.а. допускается применять сахар-рафинад, предварительно высушенный в эксикаторе над концентрированной серной кислотой или прокаленным хлористым кальцием в течение 3 сут. Высушенный сахар-рафинад содержит практически 100 % сахарозы.

## 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЛАКТОЗЫ (МОЛОЧНОГО САХАРА)

### 5.1 Проведение анализа

#### 5.1.1. Приготовление фильтрата

5,0 г сухого молока для детского питания, 6,7 г сухого цельного или обезжиренного молока или 8,2 г сухих сливок без сахара взвешивают с отсчетом показаний до 0,005 г. Затем постепенно наливают горячую воду температурой 70—75 °С, растирая смесь стеклянной палочкой до получения

однородной консистенции, и количественно переносят содержимое в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смывая стакан водой температурой (20 ± 2) °С. Общий объем воды должен быть 125—150 см<sup>3</sup>. При пробе продукта 5,0 г в колбу прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора сернистой меди, хорошо перемешивают и дают постоять 1 мин, затем добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>. При пробе больше 5,0 г прибавляют 15 см<sup>3</sup> раствора сернистой меди и 6 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия. Содержимое колбы вновь хорошо перемешивают круговыми движениями, не взбалтывая, и оставляют в покое на 10 мин. После появления над осадком прозрачного слоя жидкости колбу охлаждают до (20 ± 2) °С, доливают водой до метки, содержимое сильно взбалтывают и оставляют в покое на 20—30 мин. Затем жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Первые 25—30 см<sup>3</sup> фильтрата отбрасывают.

5.1.2. Далее анализ проводят, как указано в п. 4.1.3.

#### 5.1.3. Холостой опыт

Определение проводят, как указано в п. 4.1.3, но вместо 25 см<sup>3</sup> фильтрата приливают в колбу 25 см<sup>3</sup> воды.

### 5.2. Обработка результатов

Массовую долю лактозы ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot T_1 \cdot 0,97 \cdot 100}{m},$$

где  $V_0$  — объем тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в холостом опыте, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем тиосульфата натрия, израсходованный на титрование фильтрата, см<sup>3</sup>;

$T_1$  — титр раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах лактозы;

0,97 — эмпирический коэффициент;

$m$  — проба продукта, соответствующая 25 см<sup>3</sup> фильтрата, взятая для титрования, равная 0,50 — для сухого молока для детского питания, 0,67 — для сухого цельного или обезжиренного молока и 0,82 — для сухих сливок, г.

Предел допускаемой погрешности результата измерений составляет ± 1,0 % массовой доли лактозы при доверительной вероятности  $P = 0,95$  и расхождении между двумя параллельными определениями не более 0,2 % массовой доли лактозы.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов вычислений двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

**ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ТК по стандартизации 186 «Молоко и молочные продукты»**
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2331**
- 3. ВЗАМЕН ГОСТ 8764—73 в части разд. 9 (йодометрического метода)**
- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 22—94	2
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 244—76	2
ГОСТ 450—77	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3309—84	2
ГОСТ 4159—79	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4220—75	2
ГОСТ 4232—74	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 5833—75	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 10163—76	2
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 26809—86	1
ГОСТ 28498—90	2
ТУ 6—09—5077—83	2

- 5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2009 г.**