

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ

Технические условия

ГОСТ 30561-98

MOLASSES Specifications

Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации

- ПРЕДИСЛОВИЕ -

- РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации "Продукция сахарной промышленности" 182; Украинским научно-исследовательским институтом сахарной промышленности ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации.

- ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28 мая 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

- ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Госстандарта Украины от 7 августа 1998 г. № 595
- ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
- РАЗРАБОТЧИКИ: **В.О. Штангеев, С.А. Бренман, Н.С. Иволга, В.С. Ковальчук, Е.П. Евреенко**

Дата введения 1999-01-01

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на свекловичную мелассу — побочную продукцию свеклосахарного производства, используемую в качестве сырья для производства этилового спирта, пищевых кислот, хлебопекарных и кормовых дрожжей и как добавку в корм сельскохозяйственных животных.

Обязательные требования к качеству свекловичной мелассы изложены в **3.1.5, 4.1, 5.1, 5.2, 5.3, 7.8.**

2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты

ГОСТ 12.2.124-90 ССБТ. Оборудование продовольственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 17.2.3.02-78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 61-75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83-79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 84-76 Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 246-76 Гидросульфит натрия технический. Технические условия

ГОСТ 1027-67 Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Е Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3771-74 Аммоний фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4159-79 Йод. Технические условия

ГОСТ 4165-78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4172-76 Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220-75 Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4236-77 Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4453-74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия

ГОСТ 5845-79 Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Е Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9218-86 Е Цистерны для пищевых жидкостей, устанавливаемые на автотранспортные средства. Общие технические условия

ГОСТ 10163-76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10674-97 Вагоны-цистерны магистральных железных дорог 1520 мм. Общие технические условия

ГОСТ 10733-79 Е Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Е Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19729-74 Тальк молотый для производства резиновых изделий и пластических масс. Технические условия

ГОСТ 24104-88 Е Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336-82 Е Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26668-85 Продукты пищевые и вкусовые. Методы отбора проб для микробиологических анализов

ГОСТ 26927-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения ртути ГОСТ 26929-94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26930-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26931-86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения меди

ГОСТ 26932-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения свинца

ГОСТ 26933-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения кадмия

ГОСТ 26934-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения цинка

ГОСТ 26968-86 Сахар-песок рафинированный. Методы микробиологического анализа

ГОСТ 27068-86 Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть I. Общие требования

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Характеристика

3.1.1 Свекловичная меласса должна вырабатываться в соответствии с требованиями настоящего стандарта согласно "Инструкции по ведению технологического процесса свеклосахарного производства" [9] с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных в установленном порядке.

3.1.2 По органолептическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика	Метод испытания
Внешний вид	Густая вязкая непрозрачная жидкость	7,2
Цвет	От коричневого до темно-бурого	7,2
Запах	Свойственный свеклосахарной мелассе без постороннего запаха	7,2
Вкус	Сладкий с горьковатым привкусом	7,2
Растворимость в воде	Полная, растворяется в любых соотношениях в горячей и холодной воде	7,2

3.1.3 По физико-химическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Массовая доля сухих веществ, %, не менее	75,0	7,3
Массовая доля сахарозы, %, не менее	43,0	7,4
Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров, %, не менее	44,0	7,5
Величина pH	6,5 - 8,5	7,6

Примечание. Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров регламентируется для свекловичной мелассы, используемой для производства этилового спирта.

3.1.4 По микробиологическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Микробиологические показатели.

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Общее количество мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов, КОЕ в 1 г, не более	$1,0 \times 10^5$	7,7
Плесневые грибы, КОЕ в 1 г, не более	$1,5 \times 10^4$	7,7

3.1.5 Содержание токсичных элементов и пестицидов в свекловичной мелассе не должно превышать допустимые уровни, установленные "Медиико-биологическими требованиями и санитарными нормами качества продовольственного сырья и пищевых продуктов" [6], СанПиН 42-123-4540 [3] и приведенные в таблице 4.

Таблица 4 — Допустимые уровни содержания токсичных элементов и пестицидов

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Содержание токсичных элементов, мг/кг, не более:		

ртуть	0,02	ГОСТ 26927
мышьяк	1,0	ГОСТ 26930
медь	25,0	ГОСТ 26931
свинец	1,0	ГОСТ 26932
кадмий	0,05	ГОСТ 26933
цинк	50,0	ГОСТ 26934
Содержание пестицидов, мг/кг, не более:		
гексахлоран ГХЦГ гамма-изомер	0,005	СанПиН 42-123-4540 [3]
фостоксин	0,01	СанПиН 42-123-4540 [3]
ДДТ	0,005	СанПиН 42-123-4540 [3]

3.1 Характеристика

3.1.1 Свекловичная меласса должна вырабатываться в соответствии с требованиями настоящего стандарта согласно "Инструкции по ведению технологического процесса свеклосахарного производства" [9] с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных в установленном порядке.

3.1.2 По органолептическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика	Метод испытания
Внешний вид	Густая вязкая непрозрачная жидкость	7,2
Цвет	От коричневого до темно-бурого	7,2
Запах	Свойственный свеклосахарной мелассе без постороннего запаха	7,2
Вкус	Сладкий с горьковатым привкусом	7,2
Растворимость в воде	Полная, растворяется в любых соотношениях в горячей и холодной воде	7,2

3.1.3 По физико-химическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Массовая доля сухих веществ, %, не менее	75,0	7,3
Массовая доля сахарозы, %, не менее	43,0	7,4
Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров, %, не менее	44,0	7,5
Величина рН	6,5 - 8,5	7,6

Примечание. Массовая доля суммы сбраживаемых сахаров регламентируется для свекловичной мелассы, используемой для производства этилового спирта.

3.1.4 По микробиологическим показателям свекловичная меласса должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Микробиологические показатели.

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Общее количество мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов, КОЕ в 1 г, не более	$1,0 \times 10^5$	7,7
Плесневые грибы, КОЕ в 1 г, не более	$1,5 \times 10^4$	7,7

3.1.5 Содержание токсичных элементов и пестицидов в свекловичной мелассе не должно превышать допустимые уровни, установленные "Медико-биологическими требованиями и санитарными нормами качества продовольственного сырья и пищевых продуктов" [6], СанПиН 42-123-4540 [3] и приведенные в таблице 4.

Таблица 4 — Допустимые уровни содержания токсичных элементов и пестицидов

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Содержание токсичных элементов, мг/кг, не более:		
ртуть	0,02	ГОСТ 26927
мышьяк	1,0	ГОСТ 26930
медь	25,0	ГОСТ 26931
свинец	1,0	ГОСТ 26932
кадмий	0,05	ГОСТ 26933
цинк	50,0	ГОСТ 26934
Содержание пестицидов, мг/кг, не более:		
гексахлоран ГХЦГ гамма-изомер	0,005	СанПиН 42-123-4540 [3]
фостоксин	0,01	СанПиН 42-123-4540 [3]
ДДТ	0,005	СанПиН 42-123-4540 [3]

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности при производстве свекловичной мелассы должны соответствовать требованиям, изложенным в "Правилах по технике безопасности при производственной санитарии в сахарной промышленности" [5].

5. ТРЕБОВАНИЯ ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

5.1 Сточные воды при производстве свекловичной мелассы должны подвергаться очистке и соответствовать СанПиН 4630 [1].

Очистка сточных вод, водопотребление и водоотведение производятся в соответствии с "Инструкцией по вопросам водного хозяйства сахарных заводов" [8].

5.2 Контроль над выбросами предельно допустимых концентраций вредных веществ в атмосферу осуществляется в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02 и СанПиН 4946 [2].

5.3 Охрана почвы от загрязнения бытовыми и промышленными отходами осуществляется в соответствии с требованиями СанПиН 42-128-4690 [4].

6. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

6.1 Свекловичную мелассу принимают партиями. Партией считают количество однородной по показателям качества свекловичной мелассы в одной или нескольких отгруженных в один адрес цистернах массой не более 300 т.

6.2 Каждая партия свекловичной мелассы (при отгрузке железнодорожным транспортом — каждая цистерна, входящая в партию) должна быть оформлена одним документом о качестве, для сертифицированной продукции — сертификатом соответствия.

6.3 Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- номер партии;
- наименование продукции;
- наименование и адрес получателя;
- дату отгрузки продукции;
- количество и номера цистерн в партии;
- массу нетто партии;
- результаты испытаний (по показателям качества, предусмотренным 3.1.3, 3.1.4);
- дату проведения испытаний;
- обозначение настоящего стандарта.

6.4 На документе о качестве проставляется штамп с указанием: "На содержание токсичных элементов проверено".

По требованию потребителя на документе о качестве проставляется штамп "Радиометрический контроль проведен. Разрешается".

6.5 Для проверки соответствия качества свекловичной мелассы требованиям настоящего стандарта проводят выборку от партии (объединенную пробу).

6.6 Контроль качества свекловичной мелассы по органолептическим и физико-химическим показателям осуществляют путем испытаний объединенной пробы, составленной для каждой партии продукции.

Если партия свекловичной мелассы состоит из нескольких цистерн, проводят осмотр содержимого каждой цистерны. При обнаружении посторонних цвета или запаха качество свекловичной мелассы в этой цистерне проверяют отдельно. Результаты испытаний распространяются только на свекловичную мелассу в этой цистерне.

6.7 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей качества по нему проводят повторные испытания нового объема объединенной пробы, отобранной от той же партии продукции.

Результаты испытаний распространяются на всю партию.

При получении неудовлетворительных результатов повторных Испытаний хотя бы по одному показателю решение о партии принимает заказчик совместно с изготовителем.

6.8 Окончательное заключение опригодности свекловичной мелассы для отгрузки заводам-изготовителям лимонной кислоты и дрожжей может быть сделано только на основании бродильной пробы, выполняемой заводом-потребителем в лабораторных условиях.

6.9 Контроль микробиологических показателей осуществляется один раз в месяц.

6.10 Периодичность определения токсичных элементов в свекловичной мелассе устанавливается в соответствии с "Рекомендуемым порядком контроля за содержанием токсичных элементов (тяжелых металлов) в продовольственном сырье и пищевых продуктах" [7].

Определение токсичных элементов и пестицидов в свекловичной мелассе производится один раз в квартал. В случае обнаружения содержания токсичных элементов выше допустимых уровней (таблица 4) не реже одного раза в 10 дней до восстановления требуемого уровня качества.

7.1 Отбор проб

7.1.1 При наливе цистерны из крана, установленного на нагнетательной коммуникации, и из поддона (при сливе) периодически, не менее трех раз за период налива (слива), равными порциями отбирают точечные пробы свекловичной мелассы. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

В зимнее время, в случае подогрева свекловичной мелассы при сливе, пробы отбирают пробоотборником непосредственно из цистерны до подогрева.

7.1.2 Отобранные точечные пробы тщательно перемешивают для составления объединенной пробы массой не менее 1,5 кг.

При одновременном наливе или сливе нескольких цистерн допускается из объединенной пробы всех цистерн составлять одну объединенную пробу.

7.1.3 Объединенную пробу делят на две части, одну из которых направляют в лабораторию для испытаний, другую оставляют для повторных испытаний в случае возникновения разногласий с предприятием-изготовителем в оценке качества свекловичной мелассы. Срок хранения этой пробы — 3 мес.

7.1.4 Пробы помещают в чистую сухую стеклянную тару, обеспечивающую герметичность закупорки.

Стеклянную тару с пробой, предназначенной для повторных испытаний, заливают парафином, сургучом или стеарином.

7.1.5 Обе пробы маркируют этикетками с указанием:

- наименования продукции;
- наименования предприятия-изготовителя;
- наименования получателя;
- номера партии;
- массы нетто партии;
- номера цистерны;
- даты и места отбора проб;
- подписей лиц, отбравших пробу.

7.1.6 Отбор и подготовка проб, подготовка посуды и материалов для микробиологического анализа свекловичной мелассы осуществляется в соответствии с ГОСТ 26668 и ГОСТ 26968.

Для контроля микробиологических показателей пробы свекловичной мелассы отбирают из резервуара, оснащенного кранами. Пробы отбирают не менее чем из трех слоев продукции (верхнего, среднего и нижнего) в одну посуду.

Пробы отбирают асептическим способом, исключая микробное загрязнение из окружающей среды.

Кран сначала промывают, вытирают ватой, пропитанной этиловым спиртом и обжигают в пламени. Затем выпускают до 500 см³ свекловичной мелассы (в зависимости от вместимости резервуара и диаметра крана) и только после этого отбирают пробы в стерильную посуду, заполняя 3/4 ее объема. Горловину посуды предварительно обжигают в пламени горелки. Посуду стерилизуют одним из следующих способов:

- насыщенным паром в стерилизаторе при температуре (121 ±2) °С в течение 30 мин;
- горячим воздухом в стерилизаторе: с принудительной циркуляцией воздуха при температуре от 170 до 175 °С в течение 60 мин, без принудительной циркуляции воздуха при температуре от 180 до 185 °С в течение 15 мин, при температуре от 165 до 170 °С в течение 120 мин.

Широкогорлую посуду с пробой закрывают ватной пробкой, сверху пробки накладывают чистую бумагу и плотно прижимают ее к горловине посуды, банки закрывают крышками, предварительно обработанными этиловым спиртом, маркируют этикетками с указанием номера резервуара и крана, даты отбора проб и доставляют на анализ. Отобранные пробы, предназначенные для анализа вне предприятия-изготовителя, пломбируют и опечатывают печатью организации, отвечающей за контролируруемую продукцию, и транспортируют в лабораторию. Пробы снабжают актом отбора проб, в котором указывают:

- наименование продукта;
- наименование предприятия-изготовителя;
- номер партии;
- дату отбора проб;
- цель микробиологического анализа;
- подписи лиц, отбравших пробу. Время перевозки не более 12 ч с момента отбора проб.

7.1.7 Пробы для определения содержания тяжелых металлов, мышьяка и пестицидов составляют из проб свекловичной мелассы, отбираемых из резервуара каждые сутки в количестве 1 кг в течение 10 дней.

Отобранные пробы тщательно перемешивают и составляют объединенную пробу массой не менее 4,0 кг.

Объединенную пробу делят на три части, одну из которых оставляют в заводской лаборатории, а две другие направляют для исследований в испытательную лабораторию.

Подготовка проб для определения токсичных элементов в свекловичной мелассе осуществляется в соответствии с ГОСТ 26929,

7.2 Определение внешнего вида, цвета, запаха, вкуса и растворимости в воде

7.2.1 Аппаратура и материалы

Весы лабораторные общего назначения третьего класса точности с наибольшим пределом взвешивания	1	кг	по	ГОСТ	24104.
Стакан	В-2-250	ТХС	по	ГОСТ	25336.
Склянка	с притертой	пробкой	вместимостью	250	см ³ .
Палочка					стеклянная.
Цилиндр	I	(3)-100-2	по	ГОСТ	1770.
Вода	дистиллированная		по	ГОСТ	6709.
Часы	механические		по	ГОСТ	10733.

Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления шкалы 1 °С и диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С по ГОСТ 28498.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

7.2.2 Проведение испытаний

Внешний вид и цвет свекловичной мелассы определяют визуально.

Для определения запаха свекловичную мелассу наливают в склянку с притертой пробкой вместимостью 250 см³ на 3/4 ее объема. Склянку с содержимым закрывают пробкой и выдерживают в помещении в течение 1 ч. Запах определяют на уровне края склянки тотчас после ее открывания.

Для определения вкуса взвешивают 25 г мелассы, растворяют в 100 см³ горячей дистиллированной воды. Полученный раствор охлаждают до температуры (20±1) °С и определяют вкус.

Для определения растворимости в воде взвешивают 100 г свекловичной мелассы и смешивают с 100 см³ дистиллированной воды. Свекловичная меласса должна легко растворяться в любых соотношениях в горячей и холодной воде.

7.3 Определение массовой доли сухих веществ

Метод основан на измерении показателя преломления свекловичной мелассы при помощи рефрактометра.

7.3.1 Аппаратура, материалы и реактивы.

- Весы лабораторные общего назначения третьего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104.
- Сосуды для разбавления сахарных продуктов методом 1:1.
- Цилиндр 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.
- стакан Н(В)-1(2)-250 ТС по ГОСТ 25336.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
- Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления шкалы 1 °С и диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С по ГОСТ 28496.
- Баня водяная.
- Рефрактометр лабораторный.
- Палочка стеклянная.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

7.3.2 Проведение испытания

Массовую долю сухих веществ в свекловичной мелассе определяют в растворах мелассы, разбавленных дистиллированной водой в соотношении 1:1.

На чашки весов помещают внутренний и наружный сосуды для разбавления сахарных продуктов методов 1:1, если их масса разная, уравновешивание сосудов на весах достигается специальной гирькой (сосуды и гирьки должны быть пронумерованы).

Затем во внутренний сосуд помещают около 50 г свекловичной мелассы и в наружный сосуд добавляют дистиллированную воду до тех пор, пока не будет достигнуто равновесия. После этого снимают сосуды с чашек весов и уравновешивающую гирьку опускают в наружный сосуд для перемешивания. Затем внутренний сосуд осторожно опускают в наружный, герметически завинчивают крышку и прибор в собранном виде помещают в водяную баню, нагретую до температуры (80 ±1) °С. Прибор периодически встряхивают для полного растворения содержимого и равномерного перемешивания.

Затем сосуд с раствором свекловичной мелассы охлаждают до температуры 20 °С и определяют рефрактометром массовую долю сухих веществ. Для этого на чистую сухую поверхность измерительной призмы наносят несколько капель исследуемого раствора мелассы, распределяют ее стеклянной палочкой тонким слоем по всей поверхности призмы и плавно опускают верхнюю камеру. Зеркалом направляют свет в одно из окон рефрактометра при закрытом другом окне. Перемещением окуляра вводят в поле зрения прибора границу светотени и устанавливают ее на резкость. Затем перемещают окуляр до совмещения визирной линии с границей светотени. Положение ее на шкале фиксирует результат определения.

Если при снятии показаний рефрактометра температура раствора имеет отклонение от 20 °С, то в полученное значение вводится поправка на температуру.

При отсутствии сосудов для разбавления допускается разбавление свекловичной мелассы в соотношении 1:1 производить в стеклянных стаканах. Для этого на весах тарируют стакан со стеклянной палочкой и взвешивают в нем 50 г исследуемой свекловичной мелассы, добавляют 30-35 см³ горячей дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Смесь охлаждают до температуры 20 °С и доводят дистиллированной водой температурой 20 °С до двойной массы мелассы — 100 г, тщательно перемешивают и в полученной растворе, аналогично вышеизложенному, определяют массовую долю сухих веществ.

7.3.3 Обработка результатов

Массовую долю сухих веществ P в процентах определяют по формуле

$$P = 2P_1 \quad (1)$$

где 2 — коэффициент;
 P_1 — показание шкалы рефрактометра.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

7.4 Определение массовой доли сахарозы

Метод основан на определении массовой доли сахарозы в свекловичной мелассе путем измерения угла вращения плоскости поляризации при помощи сахариметра.

7.4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Сахариметр с кварцевым компенсационным клином или с вращающимся компенсатором с международной сахарной шкалой, оснащенный монохроматическим источником света.

Трубки поляриметрические длиной (100,00 ± 0,02), (200,00 ± 0,02) мм с покровными стеклами из прозрачного оптического стекла толщиной от 1 до 2 мм с параллельными и гладкими поверхностями.

Весы лабораторные общего назначения второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и третьего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104.

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения ± 0,1 °С.

Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления шкалы 1 °С и диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С по ГОСТ 28496.

Чашка нейзильберовая вместимостью 150 см³.

Колба мерная I(2)-100-1(2), I(2)-250-1(2), I(2)-1000-1(2) по ГОСТ 1770.

Воронка В-100-150 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр I-10-2, I(3)-100-2, I-2000-2, по ГОСТ 1770.

Секундомер или часы механические по ГОСТ 10733.

Стакан В(Н)-I(2)-250 ТС по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный по ГОСТ 4453.

Натрия гидросульфит по ГОСТ 246.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771.

Оксид свинца по действующей нормативной документации.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Эфир этиловый.

Фенолфталеин (индикатор).

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Баня водяная.

Палочка стеклянная.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, качество которых не ниже указанных.

7.4.2 Подготовка к испытанию

7.4.2.1 Приготовление реактива Герлеса

Реактив Герлеса состоит из двух растворов: Герлеса I и Герлеса II.

Раствор Герлеса I готовят следующим образом: 340 г азотнокислого свинца $Pb(NO_3)_2$ растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 cm^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор Герлеса II готовят следующим образом: 32 г гидроокиси натрия (NaOH) растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 cm^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

7.4.2.2 Приготовление свинцового уксуса

600 г уксуснокислого свинца $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ растирают в фарфоровой ступке с 200 г оксида свинца PbO в 100 cm^3 дистиллированной воды. Фарфоровую ступку со смесью помещают на кипящую водяную баню и нагревают при перемешивании до тех пор, пока первоначально желтая масса не приобретет белый или розовато-белый цвет. Затем при перемешивании добавляют частями 1900 cm^3 горячей дистиллированной воды и переводят смесь в бутылку. Операцию повторяют несколько раз, в зависимости от вместимости сосуда. После заполнения бутылку оставляют в теплом месте на 3-5 дней, изредка перемешивая содержимое деревянной палочкой.

По осветлению раствор фильтруют. Отфильтрованный раствор хранят в плотно закупоренных бутылках.

Свинцовый уксус должен иметь сильно щелочную реакцию на лакмус и слабощелочную на фенолфталеин.

7.4.3 Проведение испытания

Взвешивают в нейзильберовой чашке 65 г свекловичной мелассы с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют небольшими порциями теплой дистиллированной воды и с помощью воронки переводят в мерную колбу вместимостью 250 cm^3 , охлаждают и осветляют растворами реактива Герлеса в количестве 30-50 cm^3 , добавляя по 5-10 cm^3 каждого, частями в 4-6 приемов.

Процесс осветления осуществляют следующим образом: в колбу с раствором мелассы добавляют раствор Герлеса I и через 15-20 с такое же количество раствора Герлеса II. Смесь перемешивают легким вращением колбы в течение 1,5-2,0 мин, затем опять в указанном порядке добавляют осветлители. Затем добавляют дистиллированную воду в таком объеме, чтобы уровень раствора не достигал 2 cm^3 до метки.

При осветлении свинцовым уксусом его добавляют по 6-9 cm^3 на каждые 13 г свекловичной мелассы. При сильнощелочных мелассах следует предварительно нейтрализовать раствор мелассы уксусной кислотой, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:3 в присутствии индикатора фенолфталеина.

Колбу с раствором помещают в термостат на 15 мин для достижения температуры $(20,0 \pm 0,1)$ °C. Пену, образующуюся на поверхности раствора, удаляют каплей этилового эфира. Раствор доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают. Перед фильтрованием раствор оставляют на 5 мин для осаждения осадка. Раствор фильтруют, покрывая фильтровальную воронку часовым стеклом во избежание испарения. Первые 10 cm^3 фильтрата отбрасывают.

При получении темных фильтратов применяют дополнительное обесцвечивание гидросульфитом.

Предварительно удаляют избыток свинца. Для этого на каждые 100 cm^3 фильтрата добавляют 0,9 г сухого измельченного порошка однозамещенного фосфорнокислого аммония, $(NH_4H_2PO_4)$ для полного растворения жидкость взбалтывают, а затем 0,2 г гидросульфита $(Na_2S_2O_4)$

Перед фильтрованием раствор оставляют на 20 мин, фильтрование проводят согласно предыдущим указаниям.

Осветление очень темных растворов свекловичной мелассы осуществляют следующим образом: 26 г раствора свекловичной мелассы, разбавленной в соотношении 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 100 cm^3 , добавляют дистиллированную воду до 0,75 объема, осветляют свинцовым уксусом в количестве 6-9 cm^3 , доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Содержимое мерной колбы выливают в сухой чистый стакан, добавляют 2 г активированного угля, перемешивают стеклянной палочкой в течение 30 с и фильтруют через двойной бумажный фильтр. К полученному фильтрату добавляют еще 1 - 2 г активированного угля, перемешивают стеклянной палочкой и фильтруют через двойной бумажный фильтр.

Отфильтрованный раствор заливают в поляриметрическую трубку с кожухом для водяного охлаждения так, чтобы не образовывались пузырьки воздуха, помещают в камеру сахариметра и подключают к термостату, в котором поддерживается температура $20,0 \pm 0,1$ °С. Проводят три измерения с погрешностью, равной точности прибора и вычисляют среднее арифметическое значение.

Перед началом измерений необходимо проверить настройку сахариметра с помощью контрольной кварцевой трубки и поляриметрической трубки с дистиллированной водой. Проверку проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации сахариметра.

7.4.4 Обработка результатов

Массовую долю сахарозы P в процентах к массе свекловичной мелассы вычисляют по формуле

$$P = P_{200} \quad (2)$$

де P_{200} — среднее арифметическое значение по шкале цукрометра у разі використанні поляриметричної трубки довжиною 200 мм.

При использовании поляриметрической трубки длиной 100 мм среднее арифметическое отсчетов по шкале сахариметра умножают на 2.

При использовании для осветления очень темных растворов свекловичной мелассы активированного угля среднее арифметическое отсчетов по шкале сахариметра при использовании поляриметрической трубки длиной 200 мм умножают на 2.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,4 %

7.5 Определение массовой доли суммы сбраживаемых сахаров

Сумму сбраживаемых сахаров рассчитывают по специальной формуле с учетом результатов определения величин прямой поляризации (массовой доли сахарозы), инверсионной поляризации и массовой доли редуцирующих веществ в исследуемой свекловичной мелассе.

7.5.1 Определение инверсионной поляризации

Метод основан на гидролизе сахарозы мелассы под влиянием разбавленных водных растворов кислот, сопровождающемся изменением направления вращения плоскости поляризации.

7.5.1.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Сахариметр с кварцевым компенсационным клином и с вращающимся компенсатором, с международной сахарной шкалой, оснащенный монохроматическим источником света.

Трубки поляриметрические длиной $(100,00 \pm 0,02)$, $(200,00 \pm 0,02)$ мм с покровными стеклами из прозрачного оптического стекла толщиной от 1 до 2 мм с параллельными и гладкими поверхностями.

Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления шкалы 0,1 и 1 °С и диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С по ГОСТ 28498.

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения $\pm 0,1$ °С.

Пипетка по ГОСТ 29227.

Колба мерная 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр I(3)-50-2, I(3)-100-2, I(3)-500-2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-100-150 по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1(2)-150, В(Н)-1(2)-1000 по ГОСТ 25336.

Секундомер или часы механические по ГОСТ 10733.

Баня водяная.

Стекло часовое.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, качество которых не ниже указанных.

7.5.1.2 Подготовка к испытанию

Приготовление раствора соляной кислоты

100 см³ соляной кислоты плотностью ($\rho=1,19$ г/см³), отмеренной цилиндром, растворяют в 500 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

7.5.1.3 Проведение испытания

Пипеткой отбирают 50 см³ фильтрата (соответствующие 13,0 г мелассы), полученного при определении массовой доли сахарозы по 7.4.3, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ водного раствора соляной кислоты 1:5 и перемешивают содержимое вращательным движением колбы. В раствор опускают термометр и помещают колбу в водяную баню, предварительно нагретую до температуры 75 °С. Колбу устанавливают на фарфоровую или металлическую вставку с круглыми отверстиями.

Температуру воды в водяной бане поддерживают в пределах 70-72 °С, нагревая жидкость в колбе в течение 2,5-3,0 мин до температуры 67-69 °С, и поддерживая эту температуру точно в течение 5 мин.

По истечении этого времени колбу вынимают из водяной бани и быстро (в течение не более 2,5 мин) охлаждают ее под проточной водой до температуры 20 °С.

Процесс инверсии должен быть проведен в течение 10 мин.

После охлаждения раствора вынимают и ополаскивают водой термометр, содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой, хорошо взбалтывают, фильтруют, покрывая воронку часовым стеклом во избежание испарения, и поляризуют в поляриметрической трубке аналогично указаниям, приведенным в 7.4.3.

7.5.1.4 Обработка результатов

Величину инверсионной поляризации I в процентах вычисляют по формуле

$$I = 2 \cdot P_{200}^2$$

(3)

где 2 — коэффициент;

P_{200} — среднее арифметическое отсчетов по шкале сахариметра при использовании поляриметрической трубки длиной 200 мм.

При использовании поляриметрической трубки длиной 100 мм среднее арифметическое отсчетов по шкале сахариметра умножают на 4.

В случае отклонения температуры при поляризации от 20 °С вводится поправка на температуру.

Величину инверсионной поляризации I_{20} в процентах вычисляют по формуле

$$I_{20} = I_t - 0,0038 \cdot (P + I_t) \cdot (20 - t)$$

(4)

где I_t — величина инверсионной поляризации, %;

0,0038 — коэффициент;

P — величина прямой поляризации (массовая доля сахарозы), %;

t — температура, °С.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 %.

7.5.2 Определение массовой доли редуцирующих веществ классическим методом Мюллера

7.5.2.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Колба мерная I(2)-100-2, I(2)-1000-2 по ГОСТ 1770.

Секундомер или часы механические по ГОСТ 10733.

Стакан В(Н)-1(2)-150 по ГОСТ 25336.

Воронка В-100-150 по ГОСТ 25336.

Пипетка по ГОСТ 29227.

Бюретка по ГОСТ 29251.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр I-5-2, I-100-2, I-500-2 по ГОСТ 1770.

Стекло часовое.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Калия бихромат по ГОСТ 4220.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84.

Йод по ГОСТ 4159.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Натрия тиосульфат по ГОСТ 27068.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Фенолфталеин (индикатор).

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, качество которых не ниже указанных.

7.5.2.2 Подготовка к испытанию

Приготовление нейтрального раствора уксуснокислого свинца

300 г уксуснокислого свинца ($\text{Pb}(\text{CH}_2\text{COO})\cdot 3\text{H}_2\text{O}$) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 , при температуре $20 \text{ }^\circ\text{C}$ доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление раствора с массовой долей углекислого натрия 10 %

100 г углекислого натрия (Na_2CO_3) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки.

Приготовление реактива Мюллера

Реактив Мюллера готовят смешиванием растворов А и Б.

Раствор А готовят следующим образом: 35 г 5-водной сернокислой меди ($\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 400 см^3 горячей воды.

Раствор Б готовят следующим образом: 173 г 4-водного виннокислого калия-натрия ($\text{KNaC}_4\text{O}_6\text{H}_4\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) и 68 г углекислого натрия (Na_2CO_3) или 183,5 г 10-водного углекислого натрия ($\text{Na}_2\text{CO}_3\cdot 10\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 500 см^3 горячей дистиллированной воды.

При смешивании раствор Б (после охлаждения) приливают к раствору А в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

В мерную колбу добавляют 3 г активированного угля, взбалтывают и оставляют на 2 ч. Затем раствор фильтруют через фильтровальную бумагу.

В случае выпадения осадка окиси меди при длительном хранении раствор вновь фильтруют. Приготовленный раствор должен иметь рН 10,4.

Раствор хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

Приготовление раствора уксусной кислоты молярной концентрации 5 моль/дм³

300 см³ ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора йода молярной концентрации 0,0333 моль/дм³

4,3 г пересублимированного йода растворяют в растворе, содержащем 10 г йодистого калия, в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки. Поправочный коэффициент раствора йода устанавливают по раствору тиосульфата натрия.

Приготовление раствора с массовой долей крахмала 1 %

1 г крахмала растирают в фарфоровой ступке с 25 см³ дистиллированной воды и полученное крахмальное молоко вливают в 75 см³ кипящей дистиллированной воды.

Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,0333 моль/дм³

8,4 г тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) растворяют в 100 см³ свежeproкипяченной дистиллированной воды, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Добавляют 2 см³ гидроксида натрия (NaOH) молярной концентрации 1 моль/дм³ для нейтрализации и доводят объем дистиллированной водой до метки. Поправочный коэффициент раствора устанавливают через 10 суток по раствору бихромата калия ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) молярной концентрации 0,0333 моль/дм³.

Приготовление раствора гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм³

40 г гидроксида натрия (NaOH) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора бихромата калия молярной концентрации 0,0333 моль/дм³

1,6345 г высушенного при температуре 150 °С бихромата калия ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют и раствор доводят дистиллированной водой до метки

7.5.2.3 Проведение испытания

Взвешивают 10 г свежeкловичной мелассы с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см², осветляют нейтральным раствором уксуснокислого свинца в количестве 10 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки, взбалтывают и после двух-трех минутного стояния фильтруют. Пипеткой отбирают 50 см³ фильтрата, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и раствор с массовой долей углекислого натрия 10 % до щелочной реакции, доводят объем до метки дистиллированной водой, взбалтывают и фильтруют.

Из фильтрата отбирают пипеткой 20 см³, соответствующих 1 г мелассы, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют разбавленной (в соотношении 1:1) уксусной кислотой (в присутствии индикатора фенолфталеина). Объем раствора доводят дистиллированной водой до объема 100 см³, затем прибавляют 10 см³ реактива Мюллера, помещают колбу с раствором в кипящую водяную баню на 10 мин. Уровень воды в бане должен быть на 2 см выше уровня раствора в конической колбе. Колба должна быть помещена на подставку так, чтобы не касалась дна бани. Баня должна иметь такие размеры, чтобы кипение не прерывалось при помещении в нее колбы. После нагревания колбу быстро охлаждают в потоке холодной воды.

После кипячения раствор должен иметь голубовато-зеленоватую окраску. В случае оранжевой окраски раствора опыт повторяют с меньшим количеством фильтрата.

К охлажденному раствору прибавляют 5 см³ раствора уксусной или винной кислоты молярной концентрации 5 моль/дм³ и сразу же в избытке раствор йода молярной концентрации 0,0333 моль/дм³ в количестве от 20 до 40 см³. Оба раствора добавляют без взбалтывания во избежание окисления окиси меди кислородом воздуха. После этого колбу накрывают часовым стеклом или пробкой, содержимое колбы время от времени перемешивают вращательным движением. Через 2 мин добавляют 5 см³ раствора с массовой долей крахмала 1 % и титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,0333 моль/дм³ до исчезновения синей окраски раствора.

Аналогично, но без нагрева, титруют 20 см³ фильтрата, добавив воду и реактивы.

Одновременно проводят контрольное определение, используя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемого раствора. Контрольное определение проводят для каждого свежeприготовленного реактива Мюллера.

По разности между количеством добавленного йода и количеством израсходованного тиосульфата натрия определяют количество йода, вступившего в реакцию. Из этого количества отнимают поправку на восстановление, вызванное 1 г сахарозы, и поправку на редуцирующую способность реактива Мюллера.

После внесения этих поправок 1 см³ израсходованного раствора йода молярной концентрации 0,0333 моль/дм³ соответствует 1 мг редуцирующих веществ.

Массовую долю редуцирующих веществ в процентах определяют по формуле

$$P_B = \frac{(V_H \cdot K_H - V_T \cdot K_T) - K}{H \cdot 10}$$

(5)

где V_H — количество раствора йода, израсходованного на определение см³;

K_H — поправочный коэффициент раствора йода;

V_T — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на определение, см³;

K_T — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

K — сумма поправок на расход раствора йода на восстановление сахарозы, из расчета 0,2 см³ на 1 г, на редуцирующую способность реактива Мюллера;

H — масса пробы, г.

7.5.2.4 Обработка результатов

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %.

7.5.3 Определение массовой доли редуцирующих веществ методом Оффнера (метод, применяющийся при возникновении разногласий в оценке качества).

Метод Оффнера основан на окислении редуцирующих веществ щелочным раствором соединения меди (при этом сахароза не окисляется) и определении йодометрическим методом количества образовавшейся закиси меди. Количество редуцирующих веществ определяется по количеству йода, вступившего в реакцию.

7.5.3.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104

Термометр жидкостный стеклянный с ценой деления шкалы 1 °С и диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С по ГОСТ 28498.

Стакан В(Н)-1(2)-50, В(Н)-1(2)-100, В(Н)-1(2)-1000 по ГОСТ 25336.

Цилиндр I(3)-5-1(2), I(3)-10-2, I(3)-25-2, I(3)-100-2, I(3)-500-2 по ГОСТ 1770.

Колба мерная I-100-2, I-1000-2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-100-150 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ 19/9, СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Бюретка по ГОСТ 29251.

Пипетка по ГОСТ 29227.

Секундомер или часы механические по ГОСТ 10733.

Горелка газовая или плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Ложечка пластмассовая.

Ступка 2 с пестиком по ГОСТ 9147.

Сетка асбестовая.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная марки Ф по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Калий-натрий виннокислый (сегнетова соль) по ГОСТ 5845.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Калия бихромат по ГОСТ 4220.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172.

Натрия тиосульфат по ГОСТ 27068.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Йод по ГОСТ 4159.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Тальк по ГОСТ 19729 или пемза.

Допускается применение другой аппаратуры, лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, качество которых не ниже указанных.

7.5.3.2. Подготовка к испытанию

Приготовление реактива Оффнера

В стеклянном стакане вместимостью 100 см³ взвешивают 5 г перекристаллизованной сернокислой меди, растворяют 50-60 см³ дистиллированной воды и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³.

В стеклянном стакане вместимостью 1000 см³ смешивают 300 г мелкокристаллического виннокислого калия-натрия, 10 г безводного углекислого натрия и 50 г двузамещенного фосфорнокислого натрия, приливают 500 см³ дистиллированной воды, нагретой до температуры 50 °С, и перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой для ускорения растворения смеси. Полученный раствор переводят в мерную колбу с раствором сернокислой меди и при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через двойной бумажный фильтр. Раствор должен быть совершенно прозрачным.

Реактив хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации с (HCl)=1 моль/дм³

82 см³ соляной кислоты плотностью ($\rho=1,19$ г/см³), растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора бихромата калия молярной концентраций 0,0323 моль/дм³

Навеску 1,5839 г перекристаллизованного и высушенного при температуре 130-150 °С бихромата калия, взвешенного в стеклянном стакане, переводят дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление раствора с массовой долей крахмала 0,5 %.

0,5 г крахмала растирают в фарфоровой ступке с 25 см³ дистиллированной воды. Полученное крахмальное молоко вливают в 75 см³ кипящей дистиллированной воды.

Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 1 моль/дм³

40 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³

8 г тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O) растворяют в 100 см³ свежепрокипяченной дистиллированной воды и переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют для нейтрализации 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм³, при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки и энергично взбалтывают.

Поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия устанавливают через 10 суток раствором бихромата калия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³.

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³ отмеривают 20 см³ раствора бихромата калия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³, прибавляют 0,5 г йодистого калия, предварительно растворенного в 5 см³ дистиллированной воды, и 5 см³ раствора серной кислоты 1:4.

Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия, и оставляют в темном месте в течение 10 мин. Затем прибавляют 50-60 см³ дистиллированной воды, обмывая пробку водой, и титруют раствором тиосульфата натрия до зеленовато-желтого окрашивания. Затем прибавляют 2 см³ раствора с массовой долей крахмала 0,5 % и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло-зеленую.

Если на 20 см³ раствора бихромата калия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³ расходуется точно 20 см³ раствора тиосульфата натрия, то последний считается молярной концентрации 0,0323 моль/дм³. Если количество раствора тиосульфата натрия, затраченное на титрование, не равно 20 см³, то вычисляют поправочный коэффициент K_T по формуле

$$K_T = \frac{20}{V_1}$$

(6)

где V_1 — количество раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование 20 см³ раствора бихромата калия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³, см³.

На этот коэффициент умножают количество тиосульфата натрия, пошедшего на титрование при определении массовой доли редуцирующих веществ.

Приготовление раствора йода молярной концентрации 0,0323 моль/дм³

4,1 г йода взвешивают в стаканчике для взвешивания с крышкой, пластмассовой ложечкой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 25 см³ раствора, содержащего 20 г йодистого калия, растворяют йод в растворе йодистого калия. При температуре 20 °С доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и энергично взбалтывают.

Раствор йода хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой. Поправочный коэффициент раствора йода устанавливают по раствору тиосульфата натрия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают 20 см³ раствора йода и титруют раствором тиосульфата натрия от первоначального бурого цвета до соломенно-желтого. Затем прибавляют 5 см³ раствора с массовой долей крахмала 0,5 % и дотитровывают до обесцвечивания. Поправочный коэффициент K_H раствора йода вычисляют по формуле

$$K_H = \frac{V_2 \cdot K_T}{20}$$

(7)

где V_2 — количество тиосульфата натрия, израсходованное на титрование 20 см³ раствора йода/см³;

K_T — поправочный коэффициент для раствора тиосульфата натрия.

Приготовление исходного раствора

Из осветленного раствора, оставшегося после определения массовой доли сахарозы, отбирают пипеткой 10 см³ (соответствующие 2,6 г свекловичной мелассы), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, при температуре 20 °С доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.5.3.3 Проведение испытания

Отбирают пипеткой 25 см³ исходного раствора (соответствующие 0,65 г мелассы), переводят в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 25 см³ реактива Оффнера и на кончике ножа немного та-лька в порошке или грубо измельченной пемзы. Колбу ставят на асбестовую сетку с вырезанным в центре отверстием диаметром 6,5 см и нагревают на газовой горелке 4-5 мин, до начала кипения, затем уменьшают пламя так, чтобы оно едва касалось сетки и поддерживают умеренное кипение точно 7 мин. Затем содержимое колбы охлаждают в холодной воде до 20 °С, не взбалтывая, во избежание окисления осадка.

После кипячения раствор должен иметь голубоватую или зеленоватую окраску. Наличие желто-оранжевой окраски раствора свидетельствует о недостаточном количестве реактива Оффнера.

В этом случае определение повторяют с раствором, разбавленным в 5, 10 или 20 раз. Для этого отбирают пипеткой 20, 10 или 5 см³ исходного раствора, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, при температуре 20 °С доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой 25 см³ разбавленного таким образом исходного раствора,

содержащего соответственно 0,13; 0,065 или 0,0325 г свекловичной мелассы, переводят в коническую колбу вместимостью 100 см³ и прибавляют 25 см³ реактива Оффнера.

7,5 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации с (HCl)=1 моль/дм³, отмеренного цилиндром, осторожно прибавляют по стенкам колбы в охлажденный раствор, имеющий голубоватую или зеленоватую окраску, чтобы растворить находящийся на стенке осадок, и сразу же после добавления кислоты прибавляют к испытуемому раствору из бюретки 20 см³ раствора йода молярной концентрации 0,0323 моль/дм³.

Колбу закрывают стеклянной или корковой пробкой и оставляют на 2 мин, периодически перемешивая содержимое вращением.

Ровно через 2 минуты оттитровывают избыток йода в колбе раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³. В конце титрования, когда раствор станет светло-желтым, в него добавляют 2,5 см³ раствора с массовой долей крахмала 0,5 % и титруют до исчезновения синей окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт (с тем же количеством раствора мелассы, реактивов и йода, что и в основном опыте без кипячения) для установления поправки на окисляемость йодом находящихся в растворе веществ.

По разности между количеством тиосульфата натрия, пошедшим на титрование в рабочем и контрольном опытах, устанавливают количество связывающегося йода. Массовую долю редуцирующих веществ I_c в процентах вычисляют (из расчета, что 1 см³ раствора йода молярной концентрации 0,0323 моль/дм³ эквивалентен 1 мг редуцирующих веществ) по формуле

$$I_c = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 100}{1000 \cdot H}$$

(8)

где V_3 — количество раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование в контрольном опыте, см³;

V_4 — количество раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование в рабочем, см³;

H — фактическая масса свекловичной мелассы с учетом, (если это имело место), дополнительного разбавления исходного} раствора, г.

В том случае, когда поправочные коэффициенты раствора йода ($K_{и}$) и тиосульфата натрия ($K_{т}$) отличны от единицы, массовую, долю редуцирующих веществ в мелассе определяют по формуле

$$P_B = \frac{(V_{и} \cdot K_{и} - V_{т} \cdot K_{т}) - K}{H \cdot 10}$$

(9)

где $V_{и}$ — количество раствора йода, израсходованное на определение, см³;

$K_{и}$ — поправочный коэффициент раствора йода;

$V_{т}$ — количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см³;

$K_{т}$ — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

K — поправка на расход раствора йода в контрольном опыте;

H — масса пробы, г.

7.5.3.4 Обработка результатов

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %.

Пример.

На определение редуцирующих веществ к 25 см³ раствора, полученного разбавлением в 10 раз (10:100) раствора, подготовленного для определения массовой доли сахарозы (соответствующего 0,65 г мелассы} прибавили 20 см³ раствора йода молярной концентрации 0,0323 моль/дм³,

На титрование избытка йода затратили 13 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,0323 моль/дм³. На то же количество йода в контрольном опыте израсходовали 16,8 см³ тиосульфата натрия. Следовательно, количество йода, вступившего в реакцию:

16,8-13,0=3,8 см³, т.е. в 0,65 г мелассы содержится 3,8 мг или в процентах к массе мелассы

$$I_c = \frac{(16,8 - 13,0) \cdot 100}{1000 \cdot 0,65} = 0,58\%$$

(10)

7.5.4 Обработка результатов

Массовую долю суммы сбраживаемых сахаров $C_{\text{сбр}}$ в процентах вычисляют по формуле

$$C_{\text{сбр}} = 0,68I + 0,96I + 0,80I_c$$

(11)

где

I — массовая доля сахарозы, %;

I — величина инверсионной поляризации, %;

I_c — массовая доля редуцирующих веществ, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,7 %.

7.6. Определение величины рН

Метод основан на определении с помощью рН-метра отрицательного десятичного логарифма концентрации ионов водорода в растворах свекловичной мелассы, разбавленных дистиллированной водой в соотношении 1:1.

7.6.1 Аппаратура и материалы

Лабораторный					рН-метр.
Стакан	Н(В)-1(2)-50	ТС	по	ГОСТ	25336.
Цилиндр	Ц(З)-50-2 по ГОСТ 1770.				

7.6.2 Проведение испытания

В сосуд рН-метра наливают раствор свекловичной мелассы, разбавленный дистиллированной водой в соотношении 1:1 по способу, изложенному в 7.3.2 и помещают в него электроды прибора. Отсчет проводят, когда показания прибора примут установившиеся значения. Настройку рН-метра необходимо проверить по буферному раствору, значение рН которого лежит в диапазоне производимых измерений. Измерение рН повторяют два раза, каждый раз вынимая электроды из раствора и при измерении вновь погружая их в раствор.

7.6.3 Обработка результатов

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 рН.

7.7. Определение микробиологических показателей

7.7.1 Аппаратура, материалы, реактивы, подготовка к анализу в соответствии с ГОСТ 26968.

7.7.2 Приготовление разведений

В стерильном стакане или плоскодонной колбе с широким горлом взвешивают 10 г свекловичной мелассы с погрешностью $\pm 0,01$ г, добавляют 90 см³ стерильной воды. Стерилизацию воды проводят в течение 20 мин при давлении 0,06 мПа в автоклаве. Для полного растворения и получения однородного раствора производят взбалтывание круговыми движениями не менее 25-30 раз.

Допускается перемешивание на аппарате для встряхивания жидкости в течение (5 ± 1) мин. Получают первое (исходное) разведение.

Первое (исходное) разведение выдерживают в термостате при температуре (30 ± 1) °С в течение 4 часов для впитывания микробными клетками воды и восстановления нормального тургорного напряжения.

Затем после тщательного перемешивания стерильной пипеткой отбирают по $(1,00 \pm 0,01)$ см³ раствора свекловичной мелассы и переносят в две стерильные пробирки, содержащие по $(9,0 \pm 0,1)$ см³ стерильной воды и получают второе разведение.

Из второго разведения аналогично проводят третье разведение. Разведения готовят до такой степени, чтобы можно было определить предполагаемое количество микроорганизмов в 1 г свекловичной мелассы.

7.7.3 Определение общего количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

Метод основан на количественном подсчете бактериальных колоний, вырастающих при посеве исследуемой свекловичной мелассы на плотных питательных средах при температуре $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ в течение (72 ± 3) ч.

По $(1,00 \pm 0,01)$ см³ каждого соответствующего разведения свекловичной мелассы вносят в две чашки Петри (параллельное определение). Пипетку с посевным материалом держат под углом $(45 \pm 1)^\circ$, касаясь концом пипетки дна чашки.

В каждую чашку Петри не позднее чем через 15 мин добавляют 15-20 см³ расплавленной на водяной бане и охлажденной до температуры $(45 \pm 2)^\circ\text{C}$ питательной среды (мясо-пептонного агара). Чашки осторожно вращают круговыми движениями, чтобы посевной материал равномерно распределился по всей питательной среде и оставляют в горизонтальном положении до полного застывания. Затем чашки помещают в термостат вверх дном на (72 ± 3) ч при температуре $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$.

7.7.4 Определение плесневых грибов

По $(1,00 \pm 0,01)$ см³ каждого соответствующего разведения свекловичной мелассы вносят в две чашки Петри. Пробу заливают 15-20 см³ питательной среды (солодовое сусло-агар). Чашки осторожно вращают круговыми движениями, чтобы посевной материал равномерно распределился по всей питательной среде, и оставляют в горизонтальном положении до полного застывания. Затем чашки помещают в термостат вверх дном на 120 ч при температуре $(24 \pm 1)^\circ\text{C}$.

7.7.5 Подсчет количества бактерий проводят в соответствии с ГОСТ 26968.

7.8 Определение токсичных элементов, пестицидов, радионуклидов

7.8.1 Содержание токсичных элементов в свекловичной мелассе определяют:

ртуть	- по ГОСТ 26927;
медь	- по ГОСТ 26931;
свинец	- по ГОСТ 26932;
кадмий	- по ГОСТ 26933;
цинк	- по ГОСТ 26934;
мышьяк	- по ГОСТ 26930;

7.8.2 Определение пестицидов осуществляют в соответствии с СанПиН 42-123-4540 [4].

7.8.3 Определение содержания радионуклидов проводят по требованию потребителя в соответствии с утвержденной методикой.

8. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

8.1 Свекловичную мелассу транспортируют в автоцистернах для пищевых жидкостей по ГОСТ 9218, железнодорожных цистернах — по ГОСТ 10674 в соответствии с Правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Цистерны для свекловичной мелассы должны быть чистыми, без постороннего запаха, плотно закрываться крышками и иметь нижние сливные устройства.

После налива горловина и нижние сливные устройства цистерны должны быть опломбированы.

8.2 На каждой цистерне масляной краской должен быть нанесен трафарет с указанием вместимости и массы тары.

8.3 Для каждой цистерны товарно-транспортная накладная должна содержать:

- наименование предприятия-изготовителя и его местонахождение;
- наименование продукции;
- номер партии;
- номер цистерны;
- массу нетто, кг;
- массу брутто, кг;
- дату отгрузки;
- обозначение настоящего стандарта.

8.4 Свекловичная меласса должна храниться в хорошо очищенных закрытых металлических резервуарах.

8.5 Подогрев отгружаемой в зимнее время свекловичной мелассы следует производить только закрытым паром до температуры не более 40 °С.

9. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие качества свекловичной мелассы требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем приведенных в нем условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения - 9 месяцев с момента приемки мелассы потребителем.

БИБЛИОГРАФИЯ.

- 1 СанПиН 4630-88 Санитарные правила и нормы по охране поверхностных вод от загрязнений;
- 2 СанПиН 4946-89 Санитарные правила и нормы по охране атмосферного воздуха населенных мест;
- 3 СанПиН 42-123-4540-87 Максимально допустимые уровни содержания пестицидов в пищевых продуктах и методы их определения;
- 4 СанПиН 42-128-4690-88 Охрана почвы от загрязнения бытовыми и промышленными отходами;
- 5 "Правила по технике безопасности и производственной санитарии в сахарной промышленности", утвержденные Минпищепромом СССР в 1972 г., с дополнениями №№ 1-8;
- 6 "Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов", утвержденные МОЗ СССР №5061 01.08.89;
- 7 "Рекомендуемый порядок контроля за содержанием токсичных элементов (тяжелых металлов) в продовольственном сырье и пищевых продуктах", утвержденные Госпищепромом СССР 18.04.89;
- 8 "Інструкція з питань водного господарства цукрових заводів", утверждённая концерном "Укрцукор" Госпищепрома Украины в 1993 г.;
- 9 "Инструкция по ведению технологического процесса свеклосахарного производства", утверждённая Минпищепромом СССР в 1985 г.

УДК 664.15

67.180.10

ОКП 91 2111

Ключевые слова: меласса свекловичная, органолептические, физико-химические, микробиологические показатели, токсичные элементы, охрана окружающей среды, транспортирование и хранение.