

КОНТРОЛЬ

ДЕРЖАВНИЙ
СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МІЖДЕРЖАВНИЙ
СТАНДАРТ

МЕЛЯСА БУРЯКОВА

Технічні умови

ДСТУ 3696—98
(ГОСТ 30561—98)

МЕЛАСА СВЕКЛОВИЧНАЯ

Технические условия

ГОСТ 30561—98

Видання офіційне

БЗ № 1—98/2

322/

23-26

ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ
Київ

Центральна науково-техні-
ческа бібліотека УДП
Київ

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО Технічним комітетом по стандартизації «Цукор і крохмалепатокові продукти» 56; Українським науково-дослідним інститутом цукрової промисловості

ВНЕСЕНО Технічним комітетом по стандартизації «Цукор і крохмалепатокові продукти»

2 ЗАТВЕРДЖЕНО наказом Держстандарту України від 13 лютого 1998 р. № 85

ВВЕДЕНО В ДІЮ наказом Держстандарту України від 7 серпня 1998 р. № 595

3 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ

4 РОЗРОБНИКИ: **В.О. Штангеев, С.А. Бренман, Н.С. Іволга, В.С. Ковальчук, Є.П. Євресенко**

© Держстандарт України, 1998

Цей стандарт не може бути повністю чи частково відтворений, тиражований і розповсюджений як офіційне видання без дозволу Держстандарту України

ЗМІСТ

	с.
1 Галузь використання	1
2 Нормативні посилання	1
3 Технічні вимоги	2
3.1 Характеристика	2
4 Вимоги безпеки	4
5 Вимоги охорони навколишнього середовища	4
6 Правила приймання	4
7 Методи контролю	5
7.1 Відбирання проб	5
7.2 Визначення зовнішнього вигляду, кольору, запаху, смаку і розчинності у воді	6
7.3 Визначення масової частки сухих речовин	7
7.4 Визначення масової частки сахарози	8
7.5 Визначення масової частки суми цукрів, що зброджуються	10
7.6 Визначення величини рН	17
7.7 Визначення мікробіологічних показників	17
7.8 Визначення токсичних елементів, пестицидів, радіонуклідів	18
8 Транспортування і зберігання	18
9 Гарантії виробника	19
Додаток А Бібліографія	20

ДСТУ 3696–98
(ГОСТ 30561–98)

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МЕЛЯСА БУРЯКОВА

Технічні умови

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ

Технические условия

MOLASSES

Specifications

Чинний від 1999–01–01

1 ГАЛУЗЬ ВИКОРИСТАННЯ

Цей стандарт поширюється на бурякову мелясу — побічну продукцію бурякоцукрового виробництва, яка використовується як сировина для виробництва етилового спирту, харчових кислот, хлібопекарських та кормових дріжджів і як добавка до корму сільськогосподарських тварин.

Обов'язкові вимоги до якості бурякової меляси, викладені у 3.1.5; 4.1; 5.1; 5.2; 5.3; 7.8.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведені посилання на такі стандарти:

ДСТУ 3445–96 (ГОСТ 10674–97) Вагони-цистерни магістральних залізниць колії 1520 мм.

Загальні технічні умови

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 двуххромовокислый. 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 9147-80Е Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9218-86Е Цистерны для пищевых жидкостей, устанавливаемые на автотранспортные средства. Общие технические условия
ГОСТ 10163-76 Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10733-79Е Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия
ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 14919-83Е Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 19729-74 Тальк молотый для производства резиновых изделий и пластических масс. Технические условия
ГОСТ 24104-88Е Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336-82Е 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 серноватисто-кислый (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
ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть I. Общие требования.

3 ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

3.1 Характеристика

3.1.1 Бурякова меляса повинна вироблятися відповідно до вимог цього стандарту згідно з «Інструкцією по веденню технологічного процесу свеклосахарного виробництва» [9], з додержанням санітарних норм і правил, затверджених за встановленим порядком.

3.1.2 За органолептичними показниками бурякова меляса повинна відповідати вимогам, зазначеним у таблиці 1.

Таблиця 1 — Органолептичні показники

Назва показника	Характеристика	Метод випробування
Зовнішній вигляд	Густа в'язка непрозора рідина	7.2
Колір	Від коричневого до темно-бурого	7.2
Запах	Властивий буряковоцукровій мелясі без стороннього запаху	7.2
Смак	Солодкий з гіркуватим присмаком	7.2
Розчинність у воді	Повна, розчиняється у будь-яких співвідношеннях у гарячій і холодній воді	7.2

3.1.3 За фізико-хімічними показниками бурякова меляса повинна відповідати вимогам, зазначеним у таблиці 2.

Таблиця 2 — Фізико-хімічні показники

Назва показника	Норма	Метод випробування
Масова частка сухих речовин, %, не менше	75,0	7.3
Масова частка сахарози, %, не менше	43,0	7.4
Масова частка суми цукрів, що зброджуються, %, не менше	44,0	7.5
Величина рН	6,5 – 8,5	7.6
Примітка. Масова частка суми цукрів, що зброджуються, регламентується для бурякової меляси, яка використовується для виробництва етилового спирту.		

3.1.4 За мікробіологічними показниками бурякова меляса повинна відповідати вимогам, зазначеним у таблиці 3.

Таблиця 3 — Мікробіологічні показники

Назва показника	Норма	Метод випробування
Загальна кількість мезофільних аеробних і факультативно-анаеробних мікроорганізмів, КУО в 1 г, не більше	$1,0 \times 10^5$	7.7
Плісняві гриби, КУО в 1 г, не більше	$1,5 \times 10^4$	7.7

3.1.5 Вміст токсичних елементів і пестицидів у буряковій мелясі не повинен перевищувати допустимих рівнів, установлених «Медико-біологічними вимогами і санітарними нормами качества продовольственного сырья и пищевых продуктов» [6], СанПин 42–123–4540 [3] і наведених у таблиці 4.

Таблиця 4 — Допустимі рівні вмісту токсичних елементів і пестицидів

Назва показника	Норма	Метод випробування
Вміст токсичних елементів, мг/кг, не більше:		
ртуть	0,02	ГОСТ 26927
миш'як	1,0	ГОСТ 26930
мідь	25,0	ГОСТ 26931
свинець	1,0	ГОСТ 26932
кадмій	0,05	ГОСТ 26933
цинк	50,0	ГОСТ 26934
Вміст пестицидів, мг/кг, не більше:		
гексахлоран ГХЦГ гама-ізомер	0,005	СанПин 42-123-4540 [3]
фостоксин	0,01	СанПин 42-123-4540 [3]
ДДТ	0,005	СанПин 42-123-4540 [3]

4 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

Вимоги безпеки під час виробництва бурякової меляси повинні відповідати вимогам, що викладені в «Правилах по технике безопасности и производственной санитарии в сахарной промышленности» [5] і ГОСТ 12.2.124.

5 ВИМОГИ ОХОРОНИ НАВКОЛИШНЬОГО СЕРЕДОВИЩА

5.1 Стічні води під час виробництва бурякової меляси повинні підлягати очищенню і відповідати СанПин 4630 [1].

Очищення стічних вод, водовикористання та водовідведення проводяться згідно з «Інструкцією з питань водного господарства цукрових заводів» [8].

5.2 Контроль за викидами гранично допустимих концентрацій шкідливих речовин в атмосферу здійснюється згідно з ГОСТ 17.2.3.02 і СанПин 4946 [2].

5.3 Охорона ґрунту від забруднення побутовими і промисловими відходами здійснюється відповідно до вимог СанПин 42-128-4690 [4].

6 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

6.1 Бурякову мелясу приймають партіями.

Партією вважають кількість однорідної за показниками якості бурякової меляси в одній або декількох відвантажених в одну адресу цистернах, масою не більше 300 т.

6.2 Кожна партія бурякової меляси (під час відвантаження залізничним транспортом — кожна цистерна, що входить у партію) повинна бути оформлена одним документом про якість, для сертифікованої продукції — сертифікатом відповідності.

6.3 Документ про якість повинен містити:

- назву підприємства-виробника і його товарний знак;
- номер партії;
- назву продукції;
- назву і адресу одержувача;
- дату відвантаження продукції;
- кількість і номери цистерн у партії;
- масу нетто партії;

- результати випробувань (за показниками якості, передбаченими 3.1.3, 3.1.4);
- дату проведення випробувань;
- позначення цього стандарту.

6.4 На документі про якість проставляється штамп із вказівкою: «На вміст токсичних елементів перевірено».

За вимогою споживача на документі про якість проставляється штамп: «Радіометричний контроль проведено. Дозволяється».

6.5 Для перевірки відповідності якості бурякової меляси вимогам цього стандарту проводять вибірку від партії (об'єднану пробу).

6.6 Контроль якості бурякової меляси за органолептичними і фізико-хімічними показниками здійснюється випробуванням об'єднаної проби, складеної для кожної партії продукції.

Якщо партія бурякової меляси складається із декількох цистерн, проводять огляд вмісту кожної цистерни. У разі виявлення сторонніх кольору або запаху якість бурякової меляси у цій цистерні перевіряють окремо. Результати випробувань поширюються тільки на бурякову мелясу в цій цистерні.

6.7 У разі одержання незадовільних результатів випробувань хоча б за одним із показників якості проводять повторні випробування нового об'єму об'єднаної проби, відібраної від тієї самої партії продукції.

Результати випробувань поширюються на всю партію.

У разі одержання незадовільних результатів повторних випробувань хоча б за одним із показників рішення про партію приймає замовник спільно з виробником.

6.8 Остаточне рішення про придатність бурякової меляси для відвантаження заводам-виробникам лимонної кислоти і дріжджів може бути зроблено тільки на основі бродильної проби, яка виконується заводом-споживачем у лабораторних умовах.

6.9 Контроль мікробіологічних показників здійснюється один раз на місяць.

6.10 Періодичність визначення токсичних елементів у буряковій мелясі встановлюється відповідно до «Рекомендуемого порядка контроля за содержанием токсичных элементов (тяжелых металлов) в продовольственном сырье и пищевых продуктах» [7].

Визначення токсичних елементів і пестицидів у буряковій мелясі здійснюється один раз на квартал. У разі виявлення вмісту токсичних елементів вище допустимих рівнів — не рідше ніж один раз на 10 днів до відновлення належного рівня якості.

7 МЕТОДИ КОНТРОЛЮ

7.1 Відбирання проб

7.1.1 Під час наливання цистерни з крана, встановленого на нагнітальній комунікації, і з піддону (під час зливання) періодично, не менше трьох разів за період наливання (зливання), однаковими порціями відбирають точкові проби бурякової меляси. Маса точкової проби повинна бути не менше 0,5 кг.

Зимової пори, у разі підігрівання бурякової меляси під час зливання, проби відбирають пробовідбірником безпосередньо з цистерни до підігрівання.

7.1.2 Відібрані точкові проби ретельно перемішують для приготування об'єднаної проби масою не менше 1,5 кг.

Під час одночасного наливання або зливання декількох цистерн допускається із об'єднаної проби всіх цистерн готувати одну об'єднану пробу.

7.1.3 Об'єднану пробу ділять на дві частини, одну з яких направляють в лабораторію для випробувань, другу залишають для повторних випробувань у випадку виникнення розбіжностей з підприємством-виробником в оцінці якості бурякової меляси. Термін зберігання цієї проби — 3 міс.

7.1.4 Проби кладуть у чисту суху скляну тару, яка забезпечує герметичність закупорювання.

Скляну тару з пробою, призначеною для повторних випробувань, заливають парафіном, сургучем або стеарином.

7.1.5 Обидві проби маркують етикетками із зазначенням:

- назви продукції;

- назви підприємства-виробника;
- назви одержувача;
- номер партії;
- маси нетто партії;
- номер цистерни;
- дати і місця відбирання проб;
- підписів осіб, що відбирали пробу.

7.1.6 Відбирання і підготовка проб, підготовка посуду і матеріалів для мікробіологічного аналізу бурякової меляси здійснюється згідно з ГОСТ 26668 і ГОСТ 26968.

Для контролю мікробіологічних показників проби бурякової меляси відбирають із резервуара, оснащеного кранами. Проби відбирають не менше ніж із трьох шарів продукції (верхнього, середнього і нижнього) до одного посуду.

Проби відбирають асептичним способом, який виключає мікробне забруднення з навколишнього середовища.

Кран спочатку промивають, витирають ватою, промоченою етиловим спиртом, і обпалюють у полум'ї. Потім випускають до 500 см³ бурякової меляси (залежно від місткості резервуара і діаметра крана) і тільки після цього відбирають проби в стерильний посуд, заповнюючи 3/4 його об'єму. Горловину посуду попередньо обпалюють у полум'ї пальника.

Посуд стерилізують одним з таких способів:

- насиченою парою в стерилізаторі за температури $(121 \pm 2)^\circ\text{C}$ протягом 30 хв;
- гарячим повітрям у стерилізаторі: з примусовою циркуляцією повітря за температури від 170 до 175 °C протягом 60 хв, без примусової циркуляції повітря за температури від 180 до 185 °C протягом 15 хв, за температури від 165 до 170 °C протягом 120 хв.

Широкогорлий посуд з пробою закривають пробкою з вати, зверху пробки накладають чистий папір і щільно притискають його до горловини посуду; банки закривають кришками, попередньо обробленими етиловим спиртом, маркують етикетками із зазначенням номера резервуара і крана, дати відбирання проб і доставляють на аналіз. Відібрані проби, призначені для аналізу поза увагою підприємства-виробника, пломбують і опечатують печаткою організації, яка відповідає за продукцію, що контролюється, і транспортують до лабораторії. Проби споряджають актом відбирання проб, в якому зазначають:

- назву продукту;
- назву підприємства-виробника;
- номер партії;
- дату відбирання проб;
- мету мікробіологічного аналізу;
- підписи осіб, що відбирали пробу. Термін перевезення — не більше 12 год з часу відбирання проб.

7.1.7. Проби для визначення вмісту важких металів, миш'яку і пестицидів складають з проб бурякової меляси, які відбирають із резервуара, кожної доби в кількості 1 кг протягом 10 днів.

Відібрані проби ретельно перемішують для приготування об'єднаної проби масою не менше 4,0 кг.

Об'єднану пробу ділять на три частини, одну з яких залишають у заводській лабораторії, а дві інші направляють для досліджень у випробувальну лабораторію.

Підготовка проб для визначення токсичних елементів у буряковій мелясі здійснюється згідно з ГОСТ 26929.

7.2. Визначення зовнішнього вигляду, кольору, запаху, смаку і розчинності у воді

7.2.1 Апаратура і матеріали

- Ваги лабораторні загального призначення третього класу точності з найбільшою границею зважування 1 кг згідно з ГОСТ 24104.
- Стакан В-2-250 ТХС згідно з ГОСТ 25336.
- Склянка з притертою пробкою місткістю 250 см³.
- Паличка скляна.
- Циліндр І (3)-100-2 згідно з ГОСТ 1770.
- Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.
- Годинник механічний згідно з ГОСТ 10733.

Термометр рідинний скляний з ціною поділки шкали 1°C і діапазоном вимірювання температури від 0 до 100°C згідно з ГОСТ 28498.

Допускається використання іншої апаратури, лабораторного посуду з метрологічними і технічними характеристиками не нижче зазначених.

7.2.2 Проведення випробувань

Зовнішній вигляд і колір бурякової меляси визначають візуально.

Для визначення запаху бурякову мелясу наливають у склянку з притертою пробкою місткістю 250 см^3 на $3/4$ її об'єму. Склянку із вмістом закривають пробкою і витримують у приміщенні протягом 1 год. Запах визначають на рівні краю склянки відразу після її відкриття.

Для визначення смаку зважують 25 г бурякової меляси, розчиняють у 100 см^3 гарячої дистильованої води. Одержаний розчин охолоджують до температури $(20 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ і визначають смак.

Для визначення розчинності у воді зважують 100 г бурякової меляси і змішують із 100 см^3 дистильованої води. Бурякова меляса повинна легко розчинятися у будь-яких співвідношеннях у гарячій і холодній воді.

7.3 Визначення масової частки сухих речовин

Метод ґрунтується на вимірюванні показника заломлення бурякової меляси за допомогою рефрактометра.

7.3.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Ваги лабораторні загального призначення третього класу точності з найбільшою границею зважування 1 кг згідно з ГОСТ 24104.

Посудини для розведення цукрових продуктів методом 1:1.

Циліндр І (3)–100–2 згідно з ГОСТ 1770.

Стакан Н (В)–1(2)250 ТС згідно з ГОСТ 25336.

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

Термометр рідинний скляний з ціною поділки шкали 1°C і діапазоном вимірювання температури від 0 до 100°C згідно з ГОСТ 28498.

Баня водяна.

Рефрактометр лабораторний.

Паличка скляна.

Допускається використання іншої апаратури, лабораторного посуду з технічними і метрологічними характеристиками не нижче зазначених.

7.3.2 Проведення випробування

Масову частку сухих речовин у буряковій мелясі визначають у розчинах меляси, розведених дистильованою водою у співвідношенні 1:1.

На чашки вагів ставлять внутрішню і зовнішню посудини для розведення цукрових продуктів методом 1:1, якщо їх маса різна, то їх зрівноважують спеціальною гиркою (посудини і гирки повинні бути пронумеровані).

Потім у внутрішню посудину вводять близько 50 г бурякової меляси і в зовнішню посудину додають дистильовану воду до того часу, поки не буде досягнуто рівновагу. Після цього знімають посудини з чашок вагів і зрівноважувальну гирку опускають у зовнішню посудину для перемішування. Потім внутрішню посудину обережно опускають у зовнішню, герметично закривають кришку і прилад у зібраному вигляді розміщують у водяній бані, нагрітій до температури $(80 \pm 1)^{\circ}\text{C}$. Прилад періодично збовтують для повного розчинення вмісту і рівномірного перемішування.

Потім посудини з розчином бурякової меляси охолоджують до температури 20°C і визначають рефрактометром масову частку сухих речовин. Для цього на чисту суху поверхню вимірювальної призми наносять декілька крапель досліджуваного розчину меляси, розподіляють її скляною паличкою тонким шаром на усій поверхні призми і повільно опускають верхню камеру. Дзеркалом направляють світло в одне із вікон рефрактометра в разі закритого другого вікна. Переміщенням окуляра вводять у поле зору приладу межу світлотіні і встановлюють її на різкість. Потім переміщують окуляр до сполучення візирної лінії з межею світлотіні. Положення її на шкалі фіксує результат визначення.

Якщо під час знімання показань рефрактометра температура розчину має відхилення від 20°C , то в одержане значення вводиться поправка на температуру.

За відсутності посудин для розведення допускається розведення бурякової меляси у співвідношенні 1:1 проводити в скляних стаканах. Для цього на вагах тарують стакан з скляною паличкою і зважують у ньому 50 г досліджуваної бурякової меляси, додають від 30 до 35 см³ гарячої дистильованої води і ретельно перемішують.

Суміш охолоджують до температури 20 °С і доводять дистильованою водою за температури 20 °С до подвійної маси меляси у 100 г, ретельно перемішують і в одержаному розчині, аналогічно вищезазначеному, визначають масову частку сухих речовин.

7.3.3 Опрацювання результатів

Масову частку сухих речовин P у відсотках визначають за формулою

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

де 2 — коефіцієнт;

P_1 — показання шкали рефрактометра.

За кінцевий результат випробування приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допущена розбіжність між ними не повинна перевищувати 0,5%.

7.4 Визначення масової частки сахарози

Метод ґрунтується на визначенні масової частки сахарози в буряковій мелясі вимірюванням кута обертання площини поляризації за допомогою цукрометра.

7.4.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Цукрометр з кварцевим компенсаційним клином або з компенсатором, що обертається, з міжнародною цукровою шкалою, яка оснащена монохроматичним джерелом світла.

Трубки поляриметричні довжиною (100,00 ± 0,02), (200,00 ± 0,02) мм з покривним склом з прозорого оптичного скла товщиною від 1 до 2 мм з паралельними і рівними поверхнями.

Ваги лабораторні загального призначення другого класу точності з найбільшою границею зважування 200 г третього класу точності з найбільшою границею зважування 1 кг згідно з ГОСТ 24104.

Термометр рідинний скляний з ціною поділки шкали 1 °С і діапазоном вимірювання температури від 0 до 100 °С згідно з ГОСТ 28498.

Термостат рідинний, що дозволяє підтримувати температуру з відхиленням від заданого значення ± 0,1 °С.

Чашка нейзильберова місткістю 150 см³.

Колба мірна І(2)-100-1(2), І(2)-250-1(2), І(2)-1000-1(2) згідно з ГОСТ 1770.

Лійка В-100-150 ТС згідно з ГОСТ 25336.

Циліндр І-10-2, І(3)-100-2, І-2000-2 згідно з ГОСТ 1770.

Секундомір або годинник механічний згідно з ГОСТ 10733.

Стакан В(Н)-І(2)-250 ТС згідно з ГОСТ 25336.

Скло годинникове.

Папір фільтрувальний лабораторний марки Ф згідно з ГОСТ 12026.

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

Натрію гідроксид згідно з ГОСТ 4328.

Вугілля активне освітлююче деревне порошкоподібне згідно з ГОСТ 4453.

Натрію гідросульфід згідно з ГОСТ 246.

Кислота оцтова згідно з ГОСТ 61.

Амоній фосфорнокислий однозаміщений згідно з ГОСТ 3771.

Оксид свинцю згідно з чинною нормативною документацією.

Свинець азотнокислий згідно з ГОСТ 4236.

Свинець оцтовокислий згідно з ГОСТ 1027.

Ефір етиловий.

Фенолфталеїн (індикатор).

Ступка фарфорова з товкачиком згідно з ГОСТ 9147.

Баня водяна.

Паличка скляна.

Допускається використання іншої апаратури, лабораторного посуду з метрологічними і технічними характеристиками, а також реактивів, якість яких не нижча зазначених.

7.4.2 Підготовка до випробування

7.4.2.1 Приготування реактиву Герлеса

Реактив ґерлеса складається з двох розчинів: ґерлеса I і ґерлеса II.

Розчин ґерлеса I готують таким способом: 340 г азотнокислого свинцю $Pb(NO_3)_2$ розчиняють дистильованою водою у мірній колбі місткістю 1000 см³ і доводять дистильованою водою до мітки.

Розчин ґерлеса II готують таким способом: 32 г гідроксиду натрію (NaOH) розчиняють дистильованою водою у мірній колбі місткістю 1000 см³ і доводять дистильованою водою до мітки.

7.4.2.2 Приготування свинцевого розчину

600 г оцтовокислого свинцю $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ розтирають у порцеляновій ступці з 200 г оксиду свинцю PbO в 100 см³ дистильованої води. Порцелянову ступку з сумішшю кладуть на киплячу водяну баню і нагрівають, перемішуючи до тих пір, поки початково жовта маса не набуде білий чи рожево-білий колір. Потім, перемішуючи, додають частинками 1900 см³ гарячої дистильованої води і переводять суміш у бутиль. Операцію проводять кілька разів, залежно від місткості посудини. Після заповнення бутіля залишають у теплом місці від 3 до 5 днів, зрідка перемішуючи вміст дерев'яною паличкою.

Після освітлення розчин фільтрують. Відфільтрований розчин зберігають у міцно закритих скляних бутлях.

7.4.3 Проведення випробування

Свинцевий оцет повинен мати сильнолужну реакцію на лакмус і слабколужну на фенолфталеїн.

Зважують у нейзильберовій чашці 65 г бурякової м'яси з похибкою $\pm 0,01$ г, розчиняють невеликими порціями теплої дистильованої води і за допомогою ліжки переводять у мірну колбу місткістю 250 см³, охолоджують і освітлюють розчинами реактиву ґерлеса у кількості 30–50 см³, додаючи по 5–10 см³ кожного, частинами за 4–6 заходів.

Процес освітлення здійснюють таким способом: у колбу з розчином м'яси додають розчин ґерлеса I і через 15–20 с таку ж саму кількість розчину ґерлеса II. Суміш перемішують легким обертанням колби протягом 1,5–2,0 хв, потім знову в зазначеному порядку додають освітлювач. Потім доливають дистильовану воду в такому об'ємі, щоб рівень розчину не досягав 2 см³ до мітки.

Після освітлення розчином свинцевого розчину його додають по 6–9 см³ на кожні 13 г бурякової м'яси. У сильнолужних м'ясах необхідно попередньо нейтралізувати розчин м'яси оцтовою кислотою, розбавленою дистильованою водою у співвідношенні 1:3 у присутності індикатора фенолфталеїну.

Колбу з розчином розмішують у термостаті на 15 хв для досягнення температури $(20,0 \pm 0,1)^\circ\text{C}$. Ліну, що утворилася на поверхні розчину, видаляють краплею етилового ефіру. Розчин доливають дистильованою водою до мітки і перемішують. Перед фільтруванням розчин залишають на 5 хв для осаджування осаду. Розчин фільтрують, покриваючи фільтрувальну ліжку годинниковим склом, щоб уникнути випаровування. Перші 10 см³ фільтрату зливають. Після час одержання темних фільтратів застосовують додаткове освітлення гідроксидом. Попередньо видаляють надлишок свинцю. Для цього на кожні 100 см³ фільтрату додають 0,9 г сухого подрібненого порошку однозаміщеного фосфорокислого амонію $(NH_4H_2PO_4)$ для повного розчинення рідину збовтують, а потім 0,2 г гідроксиду $(Na_2S_2O_4)$.

Перед фільтруванням розчин залишають на 20 хв, фільтрування проводять згідно з попередніми вказівками.

Освітлення дуже темних розчинів бурякової м'яси проводять таким способом: 26 г розчину бурякової м'яси, розведеної у співвідношенні 1:1, переводять у мірну колбу місткістю 100 см³, додають дистильовану воду до 0,75 об'єму, освітлюють свинцевим розчином у кількості 6–9 см³, доводять дистильованою водою до мітки і ретельно перемішують. Вміст колби заливають у сухий чистий стакан, додають 2 г активованого вугілля, перемішують скляною паличкою папірною фільтрату додають ще 1–2 г активованого вугілля, перемішують скляною паличкою і фільтрують через подвійний паперовий фільтр.

Відфільтрований розчин заливають в поліариметричну трубку з кожухом для водяного охолодження так, щоб не утворились бульбашки повітря, поміщають у камеру циклометра і підключають до термостата, в якому підтримується температура $(20,0 \pm 0,1)^\circ\text{C}$. Проводять три вимірювання з похибкою, яка дорівнює точності приладу, і обчислюють середнє арифметичне значення.

Перед початком вимірювання необхідно перевірити настроювання цукрометра за допомогою контрольної кварцевої трубки і поляриметричної трубки з дистильованою водою. Перевірку проводять відповідно до інструкції по експлуатації цукрометра.

7.4.4 Опрацювання результатів

Масову частку сахарози P у відсотках до маси бурякової меляси обчислюють за формулою

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

де P_{200} — середнє арифметичне відліку по шкалі цукрометра у разі використання поляриметричної трубки довжиною 200 мм.

Під час використання поляриметричної трубки довжиною 100 мм середнє арифметичне значення відліків по шкалі цукрометра перемножують на два.

Під час використання для освітлення дуже темних розчинів бурякової меляси активованого вугілля середнє арифметичне відліків по шкалі цукрометра, в разі використання поляриметричної трубки довжиною 200 мм, перемножують на два.

За кінцевий результат випробування приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допущена розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,4 %.

7.5 Визначення масової частки суми цукрів, що зброджуються

Суму цукрів, що зброджуються, розраховують за спеціальною формулою з урахуванням результатів визначень величин прямої поляризації (масової частки сахарози), інверсійної поляризації і масової частки редукувальних речовин у досліджуваній буряковій мелясі.

7.5.1 Визначення інверсійної поляризації

Метод ґрунтується на гідролізі сахарози меляси під впливом розведених водних розчинів кислот, що супроводжується зміною напрямлення обертання площини поляризації.

7.5.1.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Цукрометр з кварцевим компенсаційним клином та з компенсатором, що обертається, з міжнародною цукровою шкалою, яка оснащена монохроматичним джерелом світла.

Трубки поляриметричні довжиною $(100,00 \pm 0,02)$, $(200,00 \pm 0,02)$ мм з покривним склом з прозорого оптичного скла товщиною від 1 до 2 мм з паралельними і рівними поверхнями.

Термометр рідинний скляний з ціною поділки шкали 0,1 і 1 °C і діапазоном вимірювання температури від 0 до 100 °C згідно з ГОСТ 28498.

Термостат рідинний, що дозволяє підтримувати температуру з відхиленням від заданого значення $\pm 0,1$ °C.

Піпетка згідно з ГОСТ 29227.

Колба мірна 1-100-2 згідно з ГОСТ 1770.

Циліндр І (3)-50-2, І(3)-100-2, І(3)-500-2 згідно в ГОСТ 25336.

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

Секундомір або годинник механічний згідно з ГОСТ 10733.

Баня водяна.

Скло годинникове.

Паличка скляна.

Папір фільтрувальний лабораторний марки Ф згідно з ГОСТ 12026.

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

Кислота соляна згідно з ГОСТ 3118.

Допускається використання іншої апаратури, лабораторного посуду з технічними і метрологічними характеристиками, а також реактивів, якість яких не нижча зазначених.

7.5.1.2 Підготовка до випробування

Приготування розчину соляної кислоти

100 см³ соляної кислоти густиною ($\rho = 1,19$ г/см³), відміреною циліндром, розчиняють в 500 см³ дистильованої води і ретельно перемішують.

7.5.1.3 Проведення випробування

Піпеткою відбирають 50 см³ фільтрату (відповідних 13,0 г меляси), одержаного під час визначення масової частки сахарози за 7.4.3, переводять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають 30 см³ водного розчину соляної кислоти 1:5 і перемішують вміст обертальним рухом колби. У розчин опускають термометр і кладуть колбу до водяної бані, попередньо нагрітої до температури 75 °C. Колбу встановлюють на фарфорову чи металеву вставку з круглими отворами.

Температуру води у водяній бані підтримують у межах 70–72 °С, нагріваючи рідину в колбі протягом 2,5–3,0 хв до температури 67–69 °С, підтримуючи цю температуру точно протягом 5 хв.

По закінченні цього часу колбу виймають із водяної бані і швидко (протягом не більше, ніж 2,5 хв) охолоджують її під проточною водою до температури 20 °С.

Процес інверсії повинен бути проведений протягом 10 хв.

Після охолодження розчину виймають і сполоскують водою термометр, вміст колби доводять до мітки дистильованою водою, добре збовтують, фільтрують, покриваючи лійку годинниковим склом, щоб уникнути випаровування і поляризують у поляриметричній трубці аналогічно вказівкам, приведеним у 7.4.3.

7.5.1.4 Опрацювання результатів

Величину інверсійної поляризації I у відсотках обчислюють за формулою

$$I = 2 \cdot P_{200}^1 \quad (3)$$

де 2 — коефіцієнт;

P_{200}^1 — середнє арифметичне відліків по шкалі цукрометра під час використання поляриметричної трубки довжиною 200 мм.

Під час використання поляриметричної трубки довжиною 100 мм середнє арифметичне відліків по шкалі цукрометра перемножують на чотири.

У випадку відхилення температури під час поляризації від 20 °С вводять поправку на температуру.

Величину інверсійної поляризації I_{20} у відсотках обчислюють за формулою

$$I_{20} = I_t - 0,0038 (P + I_t) \cdot (20 - t), \quad (4)$$

де I_t — величина інверсійної поляризації, %;

0,0038 — коефіцієнт;

P — величина прямої поляризації (масова частка сахарози), %;

t — температура, °С.

За кінцевий результат випробування приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,2 %.

7.5.2 Визначення масової частки редукувальних речовин класичним методом Мюллера

7.5.2.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Ваги лабораторні загального призначення другого класу точності з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104.

Колба мірна І (2)–100–2, І (2)–1000–2 згідно з ГОСТ 1770.

Секундомір або годинник механічний згідно з ГОСТ 10733.

Стакан В(Н)–1(2)–150 згідно з ГОСТ 25336.

Лійка В–100–150 згідно з ГОСТ 25336.

Піпетка згідно з ГОСТ 29227.

Бюретка згідно з ГОСТ 29251.

Колба Кн–2–250–34 ТХС згідно з ГОСТ 25336.

Циліндр І–5–2, І–100–2, І–500–2, згідно з ГОСТ 1770.

Скло годинникове.

Ступка порцелянова з товкачиком згідно з ГОСТ 9147.

Папір фільтрувальний лабораторний марки Ф згідно з ГОСТ 12026.

Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.

Натрій вуглекислий безводний згідно з ГОСТ 83.

Свинець оцтовокислий згідно з ГОСТ 1027.

Мідь сірчанокисла згідно з ГОСТ 4165.

Калію біхромат згідно з ГОСТ 4220.

Калій-натрій виннокислий згідно з ГОСТ 5845.

Натрій вуглекислий 10-водний згідно з ГОСТ 84.

Йод згідно з ГОСТ 4159.

Калій йодистий згідно з ГОСТ 4232.

Крохмаль розчинний згідно з ГОСТ 10163.

Натрію тіосульфат згідно з ГОСТ 27068.

Натрію гідроксид згідно з ГОСТ 4328.

Фенолфталеїн (індикатор).

Допускається використання іншої апаратури, лабораторного посуду з технічними і метрологічними характеристиками, а також реактивів, якість яких не нижча зазначених.

7.5.2.2 Підготовка до випробування

Приготування нейтрального розчину оцтовокислого свинцю

300 г оцтовокислого свинцю ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) розчиняють у дистильованій воді у мірній колбі місткістю 1000 cm^3 , за температури 20 °С доводять дистильованою водою до мітки і перемішують.

Приготування розчину з масовою часткою вуглекислого натрію 10%

100 г вуглекислого натрію (Na_2CO_3) розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 1000 cm^3 і доводять об'єм водою до мітки.

Приготування реактиву Мюллера

Реактив Мюллера готують змішуванням розчинів А і Б.

Розчин А готують таким способом: 35 г 5-водної сірчанокислої міді ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) розчиняють у 400 cm^3 гарячої води.

Розчин Б готують таким способом: 173 г 4-водного виннокислого калію-натрію ($\text{KNaC}_4\text{O}_6\text{H}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) і 68 г вуглекислого натрію (Na_2CO_3), або 183,5 г 10-водного вуглекислого натрію ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) розчиняють у 500 cm^3 гарячої дистильованої води.

Під час змішування розчин Б (після охолодження) приливають до розчину А в мірній колбі місткістю 1000 cm^3 і доводять об'єм дистильованою водою до мітки.

У мірну колбу додають 3 г активованого вугілля, збовтують і залишають на 2 год. Потім розчин фільтрують через фільтрувальний папір.

У випадку випадіння осаду окису міді, в разі тривалого зберігання, розчин знову фільтрують. Приготовлений розчин повинен мати рН 10,4.

Розчин зберігають у посуді із темного скла з притертою пробкою.

Приготування розчину оцтової кислоти молярної концентрації 5 моль/дм³

300 cm^3 льодяної оцтової кислоти розбавляють дистильованою водою в мірній колбі місткістю 1000 cm^3 і доводять об'єм дистильованою водою до мітки.

Приготування розчину йоду молярної концентрації 0,0333 моль/дм³

4,3 г пересублімованого йоду розчиняють у розчині, який містить 10 г йодистого калію, у мірній колбі місткістю 1000 cm^3 і доводять об'єм дистильованою водою до мітки. Поправочний коефіцієнт розчину йоду встановлюють по розчину тіосульфату натрію.

Приготування розчину з масовою часткою крохмалю 1%

1 г крохмалю розтирають у порцеляновій ступці з 25 cm^3 дистильованої води, і одержане крохмальне молоко вливають у 75 cm^3 киплячої води.

Приготування розчину тіосульфату натрію молярної концентрації 0,0333 моль/дм³

8,4 г тіосульфату натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) розчиняють у 100 cm^3 свіжої перевареної дистильованої води, охолоджують і переносять у мірну колбу місткістю 1000 cm^3 . Додають 2 cm^3 гідроксиду натрію (NaOH) молярної концентрації 1 моль/дм³ для нейтралізації і доводять об'єм дистильованою водою до мітки. Поправковий коефіцієнт розчину встановлюють через 10 діб по розчину біхромату калію ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) молярної концентрації 0,0333 моль/дм³.

Приготування розчину гідроксиду натрію молярної концентрації 1 моль/дм³

40 г гідроксиду натрію (NaOH) розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 1000 cm^3 і доводять об'єм дистильованою водою до мітки.

Приготування розчину біхромату калію молярної концентрації 0,0333 моль/дм³

1,6345 г висушеного за температури 150 °С біхромату калію ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) переносять у мірну колбу місткістю 1000 cm^3 , розчиняють і розчин доводять дистильованою водою до мітки.

7.5.2.3 Проведення випробування

Зважують 10 г бурякової мелеси з похибкою $\pm 0,01$ г, розчиняють у дистильованій воді, переносять у мірну колбу місткістю 100 cm^3 , освітлюють нейтральним розчином оцтовокислого свинцю в кількості 10 cm^3 , доводять об'єм дистильованою водою до мітки, збовтують і після дво-трихвилинного стояння фільтрують. Піпеткою відбирають 50 cm^3 фільтрату, переносять у мірну колбу місткістю 100 cm^3 додають декілька крапель розчину фенолфталеїну і розчин з масовою часткою вуглекислого натрію 10% до лужної реакції, доводять об'єм до мітки дистильованою водою, збовтують і фільтрують.

З фільтрату відбирають піпеткою 20 см³, відповідних 1 г меляси, вводять до конічної колби місткістю 250 см³ нейтралізують розбавленою (у співвідношенні 1:1) оцтовою кислотою (у присутності індикатора фенолфталеїну). Об'єм розчину доводять дистильованою водою до об'єму 100 см³, потім добавляють 10 см³ реактиву Мюллера, поміщають колбу з розчином у киплячу водяну баню на 10 хв. Рівень води у бані повинен бути на 2 см вищий від рівня розчину в конічній колбі. Колба повинна бути розміщена на підставці так, щоб не доторкувалася до дна бані. Баня повинна мати такі розміри, щоб кипіння не припинялося під час поміщення до неї колби. Після нагрівання колбу швидко охолоджують під струменем холодної води.

Після кип'ятіння розчин повинен мати блакитно-зеленувате забарвлення. У випадку оранжевого забарвлення дослід повторюють з меншою кількістю фільтрату.

До охолодженого розчину додають 5 см³ розчину оцтової або винної кислоти молярної концентрації 5 моль/дм³ і зразу ж надлишок розчину йоду молярної концентрації 0,0333 моль/дм³ у кількості від 20 до 40 см³. Обидва розчини додають без збовтування для запобігання окислення окису міді киснем повітря. Після цього колбу накривають годинниковим склом або пробкою, вміст колби час від часу перемішують обертовими рухами. Через 2 хв додають 5 см³ розчину з масовою часткою крохмалю 1% і титрують розчином тіосульфату натрію молярної концентрації 0,0333 моль/дм³ до зникнення синього забарвлення розчину.

Аналогічно, але без нагрівання, титрують 20 см³ фільтрату, до якого добавлені вода і реактиви.

Одночасно проводять контрольне визначення, використовуючи ті самі реактиви і в тих самих кількостях, але без досліджуваного розчину. Контрольне визначення проводять для кожного тільки приготовленого реактиву Мюллера.

За різницею між кількістю добавленого йоду і кількістю витраченого тіосульфату натрію визначають кількість йоду, що вступив у реакцію. Із цієї кількості віднімають поправку на відновлення, викликане 1 г сахарози, і поправку на редукувальну здатність реактиву Мюллера.

Після внесення цих поправок 1 см³ витраченого розчину йоду молярної концентрації 0,0333 моль/дм³ відповідає 1 мг редукувальних речовин.

Масову частку редукувальних речовин у відсотках визначають за формулою

$$P_B = \frac{(V_{\text{и}} \cdot K_{\text{и}} - V_{\text{т}} \cdot K_{\text{т}}) - K}{H \cdot 10}, \quad (5)$$

де $V_{\text{и}}$ — кількість розчину йоду, витраченого на визначення, см³;

$K_{\text{и}}$ — поправковий коефіцієнт розчину йоду;

$V_{\text{т}}$ — кількість розчину тіосульфату натрію, витраченого на визначення, см³;

$K_{\text{т}}$ — поправковий коефіцієнт розчину тіосульфату натрію;

K — сума поправок на витрати розчину йоду на відновлення сахарози, із розрахунку 0,2 см³ на 1 г, на редукувальну здатність реактиву Мюллера;

H — маса проби, г.

7.5.2.4 Опрацювання результатів

За кінцевий, результат випробування приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допущена розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,1%.

7.5.3 Визначення масової частки редукувальних речовин методом Оффнера (метод, який використовується в разі виникнення розбіжностей в оцінці якості)

Метод Оффнера ґрунтується на окисленні редукувальних речовин лужним розчином сполук міді (при цьому сахароза не окислюється) і визначенні йодометричним методом кількості утвореного закису міді.

Кількість редукувальних речовин визначають по кількості йоду, що вступив у реакцію.

7.5.3.1 Апаратура, матеріали і реактиви

Ваги лабораторні загального призначення другого класу точності з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104.

Термометр рідинний скляний з ціною поділки шкали 1 °C і діапазоном вимірювання температури від 0 до 100 °C згідно з ГОСТ 28498.

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

Циліндр І (3)-5-1(2), І(3)-10-2, І(3)-25-2, І(3)-100-2, І(3)-500-2 згідно з ГОСТ 1770.

Колба мірна І-100-2, І-1000-2 згідно з ГОСТ 1770.

Лійка В-100-150 згідно з ГОСТ 25336.

Колба КН-2-250-34 ТХС згідно з ГОСТ 25336.
Стаканчик для зважування СВ-19/9, СН-34/12 згідно з ГОСТ 25336.
Бюретка згідно з ГОСТ 29251.
Піпетка згідно з ГОСТ 29227.
Секундомір або годинник механічний згідно з ГОСТ 10733.
Пальник газовий або плитка електрична згідно з ГОСТ 14919.
Ложечка пластмасова.
Ступка 2 з товкачиком згідно з ГОСТ 9147.
Сітка азбестова.
Паличка скляна.
Папір фільтрувальний лабораторний марки Ф згідно з ГОСТ 12026.
Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709.
Мідь сірчаноокисла згідно з ГОСТ 4165.
Калій-натрій виннокислий (сегнетова сіль) згідно з ГОСТ 5845.
Калій йодистий згідно з ГОСТ 4232.
Калію біхромат згідно з ГОСТ 4220.
Натрій вуглекислий безводний згідно з ГОСТ 83.
Натрію гідроксид згідно з ГОСТ 4328.
Натрій фосфорнокислий двоаміщений згідно з ГОСТ 4172.
Натрію тіосульфат згідно з ГОСТ 27068.
Кислота соляна згідно з ГОСТ 3118.
Кислота сірчана згідно з ГОСТ 4204.
Йод згідно з ГОСТ 4159.
Крохмаль розчинний згідно з ГОСТ 10163.
Тальк згідно з ГОСТ 19729 або пемза.
Допускається використання іншої апаратури, лабораторного посуду з технічними і метрологічними характеристиками, а також реактивів, якість яких не нижча зазначених.

7.5.3.2. Підготовка до випробування

Приготування реактиву Оффнера

У скляному стакані місткістю 100 см³ зважують 5 г перекристалізованої сірчаноокислої міді, розчиняють 50–60 см³ дистильованої води і переводять у мірну колбу місткістю 1000 см³.

У скляному стакані місткістю 1000 см³ змішують 300 г дрібнокристалічного виннокисло-го калію-натрію, 10 г безводного вуглекислого натрію і 50 г двоаміщеного фосфорнокисло-го натрію, приливають 500 см³ дистильованої води, нагрітої до температури 50 °С і перемішу-ють вміст стакана скляною паличкою для прискорення розчинення суміші. Одержаний розчин переводять у мірну колбу з розчином сірчаноокислої міді і за температури 20 °С доводять дистильованою водою до мітки, ретельно перемішують і фільтрують через подвійний папери-вий фільтр. Розчин повинен бути цілком прозорим.

Реактив зберігають у посуді із темного скла з притертою пробкою.

Приготування розчину соляної кислоти молярної концентрації з (HCl) = 1 моль/дм³

82 см³ соляної кислоти густиною ($\rho=1,19$ г/см³) розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 1000 см³ і за температури 20 °С доводять дистильованою водою до мітки.

Приготування розчину біхромату калію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³

Наважку 1,5839 г перекристалізованого і висушеного за температури 130–150 °С біхро-мату калію, зваженого у скляному стакані, переводять дистильованою водою у мірну колбу місткістю 1000 см³, за температури 20 °С доводять дистильованою водою до мітки і пере-мішують.

Приготування розчину з масовою часткою крохмалю 0,5%.

0,5 г крохмалю розтирають у порцеляновій ступці з 25 см³ дистильованої води. Одержане крохмальне молоко виливають у 75 см³ киплячої дистильованої води.

Приготування розчину гідроксиду натрію молярної концентрації з (NaOH) = 1 моль/дм³

40 г гідроксиду натрію розчиняють у дистильованій воді у мірній колбі місткістю 1000 см³ і за температури 20 °С доводять дистильованою водою до мітки.

Приготування розчину тіосульфату натрію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³

8 г тіосульфату натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) розчиняють у 100 см³ свіжоперевареної дистильованої води і переводять у мірну колбу місткістю 1000 см³, додають для нейтралізації 1 см³ розчину гідроксиду натрію молярної концентрації 1 моль/дм³, за температури 20 °С доводять дистильованою водою до мітки і енергійно збовтують.

Поправковий коефіцієнт розчину тіосульфату натрію встановлюють через 10 діб розчином біхромату калію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³.

У конічну колбу з притертою пробкою місткістю 250 см³ відмірюють 20 см³ розчину біхромату калію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³, додають 0,5 г йодистого калію, попередньо розчиненого у 5 см³ дистильованої води, і 5 см³ розчину сірчаної кислоти 1:4. Колбу закривають пробкою, змоченою розчином йодистого калію і залишають у темному місці протягом 10 хв. Потім додають 50–60 см³ дистильованої води, відмиваючи пробки водою, і титрують розчином тіосульфату натрію до зеленувато-жовтого забарвлення. Потім додають 2 см³ розчину з масовою часткою крохмалю 0,5% і продовжують титрувати до переходу синього забарвлення у світло-зелене.

Якщо на 20 см³ розчину біхромату калію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³ витрачається точно 20 см³ розчину тіосульфату натрію, то останній є молярної концентрації 0,0323 моль/дм³. Якщо кількість розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування, не дорівнює 20 см³, то обчислюють поправковий коефіцієнт K_T за формулою

$$K_T = \frac{20}{V_I} \quad (6)$$

де V_I — кількість розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування 20 см³ розчину біхромату калію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³.

На цей коефіцієнт перемножують кількість тіосульфату натрію, витраченого на титрування під час визначення масової частки редукувальних речовин.

Приготування розчину йоду молярної концентрації 0,0323 моль/дм³

4,1 г йоду зважують у стаканчику для зважування з кришкою, пластмасовою ложечкою переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³, додають 25 см³ розчину, що містить 20 г йодистого калію, розчиняють йод у розчині йодистого калію. За температури 20 °С доводять вміст колби дистильованою водою до мітки і енергійно збовтують.

Розчин йоду зберігають у посуді із темного скла з притертою пробкою. Поправковий коефіцієнт розчину йоду встановлюють по розчину тіосульфату натрію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³.

У конічну колбу місткістю 250 см³ відмірюють 20 см³ розчину йоду і титрують розчином тіосульфату натрію від початкового бурого кольору до солом'яно-жовтого. Потім додають 5 см³ розчину з масовою часткою крохмалю 0,5% і дотитровують до знебарвлення. Поправковий коефіцієнт K_{II} розчину йоду обчислюють за формулою

$$K_{II} = \frac{V_2 \cdot K_T}{20} \quad (7)$$

де V_2 — кількість тіосульфату натрію, витраченого на титрування 20 см³ розчину йоду, см³; K_T — поправковий коефіцієнт для розчину тіосульфату натрію.

Приготування початкового розчину

Із освітленого розчину, що залишився після визначення масової частки сахарози, відбирають піпеткою 10 см³ (відповідні 2,6 г бурякової меласи), переводять до мірної колби місткістю 100 см³, за температури 20 °С доводять вміст колби дистильованою водою до мітки і перемішують.

7.5.3.3 Проведення випробування

Відбирають піпеткою 25 см³ початкового розчину (відповідні 0,65 г меласи), переводять до конічної колби місткістю 250 см³, додають 25 см³ реактиву Оффнера і на кінчику ножа додають трохи тальку в порошку або грубо подрібненої пемзи. Колбу ставлять на азбестову сітку з вирізаним у центрі отвором діаметром 6,5 см і нагрівають на газовому пальнику 4–5 хв до початку кипіння, потім зменшують полум'я так, щоб воно ледве торкалося сітки і підтримують помірне кипіння точно 7 хв. Потім вміст колби охолоджують у холодній воді до 20 °С, не збовтуючи, щоб уникнути окислення осаду.

Після кип'ятіння розчин повинен мати блакитно-зеленувате забарвлення. Наявність жовто-оранжевого забарвлення розчину свідчить про недостатню кількість реактиву Оффнера.

У цьому випадку визначення повторюють з розчином, розведеним у 5, 10 або 20 разів. Для цього відбирають піпеткою 20, 10 чи 5 см³ початкового розчину, переводять до мірної колби місткістю 100 см³, за температури 20 °С, доводять вміст колби дистильованою водою до мітки і перемішують. Відбирають піпеткою 25 см³ розведеного таким чином початкового розчину, що містить відповідно 0,13; 0,065 чи 0,0325 г бурякової меласи, переводять до конічної колби місткістю 100 см³ і додають 25 см³ реактиву Оффнера.

7,5 см³ розчину соляної кислоти молярної концентрації $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³, відміряного циліндром, обережно додають по стінках колби до охолодженого розчину, що має блакитно-зеленувате забарвлення, щоб розчинити осад, який знаходиться на стінках, і відразу ж після додання кислоти додають до випробувального розчину із бюретки 20 см³ розчину йоду молярної концентрації 0,0323 моль/дм³.

Колбу закривають скляною або корковою пробкою і залишають на 2 хв, періодично перемішуючи вміст обертанням.

Рівно через 2 хв відтитровують надлишок йоду у колбі розчином тіосульфату натрію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³. У кінці титрування, коли розчин стане світло-жовтим, до нього додають 2,5 см³ розчину з масовою часткою крохмалю 0,5% і титрують до зникнення синього забарвлення.

Одночасно проводять контрольний дослід (з тією ж кількістю розчину меласи, реактивів і йоду, що і в основному досліді, без кип'ятіння) для встановлення поправки на окислення йодом речовин, які знаходяться в розчині.

За різницею між кількістю тіосульфату натрію, витраченого на титрування у робочому і контрольному досліді, встановлюють кількість сполучного йоду. Масову частку редукувальних речовин I_c у відсотках обчислюють (із розрахунку, що 1 см³ розчину йоду молярної концентрації 0,0323 моль/дм³ еквівалентний 1 мг редукувальних речовин) за формулою

$$I_c = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 100}{1000 \cdot H}, \quad (8)$$

де V_3 — кількість розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування у контрольному досліді, см³;

V_4 — кількість розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування у робочому досліді, см³;

H — фактична маса бурякової меласи з урахуванням (якщо це мало місце) додаткового розведення початкового розчину, г.

У тому випадку, якщо поправкові коефіцієнти розчинів йоду ($K_{\text{и}}$) і тіосульфату натрію ($K_{\text{т}}$) відмінні від одиниці, масову частку редукувальних речовин у меласі визначають за формулою

$$P_B = \frac{(V_{\text{и}} \cdot K_{\text{и}} - V_{\text{т}} \cdot K_{\text{т}}) - K}{H \cdot 10}, \quad (9)$$

де: $V_{\text{и}}$ — кількість розчину йоду, витраченого на визначення, см³;

$K_{\text{и}}$ — поправковий коефіцієнт розчину йоду;

$V_{\text{т}}$ — кількість розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування, см³;

$K_{\text{т}}$ — поправковий коефіцієнт розчину тіосульфату натрію;

K — поправка на витрату йоду у контрольному досліді;

H — маса проби, г.

7.5.3.4 Опрацювання результатів

За кінцевий результат приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допущена розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,1%.

Приклад.

На визначення редукувальних речовин до 25 см³ розчину, одержаного розведенням у 10 разів (10:100) розчину, підготовленого для визначення масової частки сахарози (відповідного 0,65 г меласи), додали 20 см³ розчину йоду молярної концентрації 0,0323 моль/дм³. На титрування надлишку йоду затратили 13 см³ розчину тіосульфату натрію молярної концентрації 0,0323 моль/дм³. На ту ж кількість йоду у контрольному досліді витратили 16,8 см³ тіосульфату

натрію. Отже, кількість йоду, що вступив у реакцію: $16,8 - 13,0 = 3,8 \text{ см}^3$, тобто у $0,65 \text{ г}$ меляси міститься $3,8 \text{ мг}$ або у відсотках до маси меляси

$$I_c = \frac{(16,8 - 13,0) \cdot 100}{1000 \cdot 0,65} = 0,58\%, \quad (10)$$

7.5.4 Опрацювання результатів

Масову частку суми цукрів, що зброджуються, $C_{збр}$ у відсотках обчислюють за формулою

$$C_{збр} = 0,68П + 0,96И + 0,80I_c, \quad (11)$$

де $П$ — масова частка сахарози, %;
 $И$ — величина інверсійної поляризації, %;
 I_c — масова частка редукувальних речовин, %.

За кінцевий результат випробування приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допущена розбіжність між якими не повинна перевищувати $0,7\%$.

7.6 Визначення величини рН

Метод ґрунтується на визначенні за допомогою рН-метра від'ємного десятичного логарифма концентрації іонів водню в розчинах бурякової меляси, розведених дистильованою водою у співвідношенні $1:1$.

7.6.1 Апаратура і матеріали

Лабораторний рН-метр.

Стакан Н (В)-1(2)-50 ТС згідно з ГОСТ 25336.

Циліндр І (3)-50-2 згідно з ГОСТ 1770.

7.6.2 Проведення випробування

У посудину рН-метра наливають розчин бурякової меляси, розведений дистильованою водою у співвідношенні $1:1$ по способу, викладеному в 7.3.2, кладуть у нього електроди приладу. Відлік проводять, коли показання приладу приймуть стає значення. Настроювання рН-метра необхідно перевірити по буферному розчину, значення рН якого знаходиться в діапазоні проведених вимірювань.

Вимірювання рН повторюють два рази, кожний раз виймаючи електроди з розчину і під час вимірювання знову занурюючи їх у розчин.

7.6.3 Опрацювання результатів

За кінцевий результат випробування приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати $0,1 \text{ рН}$.

7.7 Визначення мікробіологічних показників

7.7.1 Апаратура, матеріали, реактиви, підготовка до аналізу згідно з ГОСТ 26968.

7.7.2 Приготування розведень

У стерильному стакані або плоскодонній колбі з широким горлом зважують 10 г бурякової меляси з похибкою $\pm 0,1 \text{ г}$, додають 90 см^3 стерильної води. Стерилізацію води проводять протягом 20 хв за тиску $0,06 \text{ МПа}$ в автоклаві. Для повного розчинення і одержання однорідного розчину проводять збовтування обертовими рухами не менше $25 - 30$ разів.

Допускається перемішування на апараті для струшування рідини протягом $(5 \pm 1) \text{ хв}$. Одержують перше (вихідне) розведення.

Перше (вихідне) розведення видержують у термостаті за температури $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$ протягом 4 год для всмоктування мікробними клітинами води і відновлення нормального тургорного напруження. Потім після ретельного перемішування стерильною піпеткою відбирають по $(1,00 \pm 0,01) \text{ см}^3$ розчину бурякової меляси і переносять у дві стерильні пробірки, які містять по $(9,0 \pm 0,1) \text{ см}^3$ стерильної води і одержують друге розведення.

З другого розведення аналогічно проводять третє розведення. Розведення готують до такої міри, щоб можна було визначити передбачену кількість мікроорганізмів в 1 г бурякової меляси.

7.7.3 Визначення загальної кількості мезофільних аеробних і факультативно-анаеробних мікроорганізмів

Метод ґрунтується на кількісному підрахунку бактеріальних колоній, які виросли під час висівання досліджуваної бурякової меляси на щільних живильних середовищах за температури $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ протягом (72 ± 3) год.

По $(1,00 \pm 0,01)$ см³ кожного відповідного розведення бурякової меляси вносять у дві чашки Петрі (паралельне визначення). Піпетку з посівним матеріалом тримають під кутом $(45 \pm 1)^\circ$, доторкуючись кінцем піпетки до дна чашки.

У кожену чашку Петрі не пізніше ніж через 15 хв додають 15–20 см³ розплавленого на водяній бані і охолодженого до температури $(45 \pm 2)^\circ\text{C}$ живильного середовища (м'ясо-пептонного агару). Чашки обережно обертають обертовими рухами, щоб посівний матеріал рівномірно розподілився по усьому живильному середовищу, і залишають у горизонтальному положенні до повного застигання. Потім чашки кладуть до термостату дном угору на (72 ± 3) год за температури $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$.

7.7.4 Визначення пліснявих грибів

По $(1,00 \pm 0,01)$ см³ кожного відповідного розведення бурякової меляси вносять у дві чашки Петрі. Пробу заливають 15–20 см³ живильного середовища (солодове сусло-агар). Чашки обережно обертають обертовими рухами, щоб посівний матеріал рівномірно розподілився по усьому живильному середовищу і залишають у горизонтальному положенні до повного застигання. Потім чашки кладуть до термостату дном угору на 120 год за температури $(24 \pm 1)^\circ\text{C}$.

7.7.5. Підрахунок кількості бактерій проводять згідно з ГОСТ 26968.

7.8 Визначення токсичних елементів, пестицидів, радіонуклідів

7.8.1 Вміст токсичних елементів у буряковій мелясі визначають:

- ртуть — згідно з ГССТ 26927;
- мідь — згідно з ГОСТ 26931;
- свинець — згідно з ГОСТ 26932;
- кадмій — згідно з ГОСТ 26933;
- цинк — згідно з ГОСТ 26934;
- миш'як — згідно з ГОСТ 26930;

7.8.2. Визначення пестицидів здійснюються згідно з СанПіН 42-123-4540 [4].

7.8.3 Визначення вмісту радіонуклідів проводять за вимогою споживача згідно із затвердженою методикою.

8 ТРАНСПОРТУВАННЯ І ЗБЕРІГАННЯ

8.1 Бурякову мелясу транспортують в автоцистернах для харчових рідин згідно з ГОСТ 9218, у залізничних цистернах згідно з ДСТУ 3445 (ГОСТ 10674) відповідно до Правил перевезення вантажів, чинних на транспорті даного виду.

Цистерни для бурякової меляси повинні бути чистими, без стороннього запаху, щільно закриватися кришками і мати нижні зливні пристрої.

Після наливання горловина і нижні зливні пристрої цистерни повинні бути запломбовані.

8.2 На кожній цистерні олійною фарбою повинен бути нанесений трафарет із вказівкою місткості та маси тари.

8.3 Для кожної цистерни товарно-транспортна накладна повинна містити:

- назву підприємства-виробника і його місце знаходження;
- назву продукції;
- номер партії;
- номер цистерни;
- масу нетто, кг;
- масу брутто, кг;
- дату відвантаження;
- позначення цього стандарту.

8.4 Бурякова меляса повинна зберігатися в добре очищених закритих металевих резервуарах.

8.5 Підігрівання відвантаженої в зимову пору бурякової меляси необхідно проводити тільки закритою парою до температури не більше 40°C .

9 ГАРАНТІЇ ВИРОБНИКА

9.1 Виробник гарантує відповідність якості бурякової м'ясяси вимогам цього стандарту в разі дотримання споживачем наведених в ньому умов транспортування і зберігання.

9.2 Гарантійний термін зберігання — 9 місяців від моменту приймання м'ясяси споживачем.

ДОДАТОК А
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 СанПин 4630-88 Санитарные правила и нормы по охране поверхностных вод от загрязнения;
- 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», затвердженими Мінхарчопромом СРСР в 1972 р., з доповненнями №№ 1-8;
- 6 «Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов», затвердженими МОЗ СРСР № 5061 01.08.89;
- 7 «Рекомендуемый порядок контроля за содержанием токсичных элементов (тяжелых металлов) в продовольственном сырье и пищевых продуктах», затверджені Держхарчпромом СРСР 18.04.89;
- 8 «Інструкція з питань водного господарства цукрових заводів», затверджена концерном «Укрцукор» Держагропрому України в 1993 р.;
- 9 «Инструкция по ведению технологического процесса свеклосахарного производства», затверджена Мінхарчопромом СРСР у 1985 р.

УДК 664.15

67.180.10

ОКП 91 2111

Ключові слова: м'яса бурякова, органолептичні, фізико-хімічні, мікробіологічні показники, токсичні елементи, охорона навколишнього середовища, транспортування і зберігання

ГОСТ 30561-98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ

Технические условия

Издание официальное

Межгосударственный совет
по стандартизации, метрологии и сертификации

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 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

2 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
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Госстандарта Украины от 7 августа 1998 г. № 595

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 РАЗРАБОТЧИКИ: **В.О. Штангеев, С.А. Бренман, Н.С. Иволга, В.С. Ковальчук, Е.П. Евреенко**

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Украины без разрешения Госстандарта Украины

СОДЕРЖАНИЕ

	С.
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Технические требования	2
3.1 Характеристика	2
4 Требования безопасности	4
5 Требования охраны окружающей среды	4
6 Правила приемки	4
7 Методы контроля	5
7.1 Отбор проб	5
7.2 Определение внешнего вида, цвета, запаха, вкуса и растворимости в воде	6
7.3 Определение массовой доли сухих веществ	7
7.4 Определение массовой доли сахарозы	8
7.5 Определение массовой доли суммы сбраживаемых сахаров	10
7.6 Определение величины pH	18
7.7 Определение микробиологических показателей	18
7.8 Определение токсичных элементов, пестицидов, радионуклидов	19
8 Транспортирование и хранение	19
9 Гарантия изготовителя	19
Приложение А Библиография	20

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕЛАССА СВЕКЛОВИЧНАЯ

Технические условия

MOLASSES

Specifications

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 двуххромовокислый. 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 серноватистокислый (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
 ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. 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 свекло-сахарного 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 «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

Окончание таблицы 4.

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Содержание пестицидов, мг/кг, не более:		
гексахлоран ГХЦГ	0,005	СанПиН 42-123-4540 [3]
гамма-изомер	0,01	СанПиН 42-123-4540 [3]
фостоксин	0,005	СанПиН 42-123-4540 [3]
ДДТ		

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 о пригодности 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 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

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 $(121 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 30 мин;
- горячим воздухом в стерилизаторе: с принудительной циркуляцией воздуха при температуре от 170 до 175 °C в течение 60 мин, без принудительной циркуляции воздуха при температуре от 180 до 185 °C в течение 15 мин, при температуре от 165 до 170 °C в течение 120 мин.

Широкогогорлую 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 печатают печатью организации, отвечающей за контролируемую 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 см³.

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 °C и диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °C 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 I (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, уравнивание сосудов на весах достигается специальной гирькой (сосуды и гири 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 уравнивающую 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 полученном 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, допускаемое 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 поляризметрические 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 см³ и доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор Герлеса II готовят следующим образом: 32 г гидроксида натрия (NaOH) растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ 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 см³ 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 см³ горячей дистиллированной воды и переводят смесь в бутыл. Операцию повторяют несколько раз, в зависимости от вместимости сосуда. После заполнения бутыл 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 см³, охлаждают и осветляют растворами реактива Герлеса в количестве 30–50 см³, добавляя по 5–10 см³ 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. Смесью 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 см³ до метки.

При осветлении свинцовым уксусом его добавляют по 6–9 см³ 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 $(20,0 \pm 0,1)^\circ\text{C}$. 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 см³ фильтрата отбрасывают.

При получении темных фильтратов применяют дополнительное обесцвечивание гидросульфитом.

Предварительно удаляют избыток свинца. Для этого на каждые 100 см³ 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 см³, добавляют дистиллированную воду до 0,75 объема, осветляют свинцовым уксусом в количестве 6–9 см³, 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 $(20,0 \pm 0,1)^\circ\text{C}$. 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

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

где 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 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 два.

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 $^\circ\text{C}$ и диапазоном измерения температуры от 0 до 100 $^\circ\text{C}$ по ГОСТ 28498.

Термостат жидкостный, позволяющий поддерживать температуру с отклонением от заданного значения $\pm 0,1^\circ\text{C}$.

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 поляризметрической трубке аналогично указаниям, приведенным в 7.4.3.

7.5.1.4 Обработка результатов

Величину инверсионной поляризации I в процентах вычисляют по формуле

$$I = 2 \cdot P_{200}^1, \quad (3)$$

где 2 — коэффициент;

P_{200}^1 — среднее арифметическое отсчетов по шкале сахариметра при использовании поляризметрической трубки длиной 200 мм.

При использовании поляризметрической трубки длиной 100 мм среднее арифметическое отсчетов по шкале сахариметра умножают на четыре.

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

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

$$I_{20} = I_t - 0,0038 (P + I_t) \cdot (20 - t), \quad (4)$$

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 ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, при температуре 20 °С 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 см³ 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 см³ 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 см³ горячей дистиллированной воды.

При смешивании раствор Б (после охлаждения) приливают к раствору А в мерной колбе вместимостью 1000 см³ 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 свежепрокипяченной 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 висушенного 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 свежесквашенной мелассы с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 свежеприготовленного 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

$$P_B = \frac{(V_{\text{и}} \cdot K_{\text{и}} - V_{\text{т}} \cdot K_{\text{т}}) - K}{H \cdot 10}, \quad (5)$$

где $V_{\text{и}}$ — количество раствора йода, израсходованного на определение см³;

- $K_{и}$ — 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, допускаемое 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 концентрации 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 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 100 см³ свежeproкипяченной 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

$$K_T = \frac{20}{V_i}, \quad (6)$$

где V_i — 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 $K_{\text{и}}$ раствора йода вычисляют по формуле

$$K_{\text{и}} = \frac{V_2 \cdot K_{\text{т}}}{20}, \quad (7)$$

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

$K_{\text{т}}$ — 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 талька 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 связываемого 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

$$I_C = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 100}{1000 \cdot H}, \quad (8)$$

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 опыте, 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_I) и тиосульфата натрия (K_T) отличны от единицы, массовую долю редуцирующих веществ в мелассе определяют по формуле

$$P_B = \frac{(V_I \cdot K_I - V_T \cdot K_T) - K}{H \cdot 10}, \quad (9)$$

где V_I — количество раствора йода, израсходованное на определение, см³;

K_I — поправочный коэффициент раствора йода;

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

K_T — 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

$$I_C = \frac{(16,8 - 13,0) \cdot 100}{1000 \cdot 0,65} = 0,58\%, \quad (10)$$

7.5.4 Обработка результатов

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

$$C_{сбр} = 0,68 П + 0,96 И + 0,80 I_C \quad (11)$$

где $П$ — массовая доля сахарозы, %;

$И$ — величина инверсионной поляризации, %;

I_C — массовая доля редуцирующих веществ, %.

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

7.6 Определение величины pH

Метод основан на определении с помощью pH-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 pH-метр.

Стакан Н (В)-1(2)-50 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр I (3)-50-2 по ГОСТ 1770.

7.6.2 Проведение испытания

В сосуд pH-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 pH-метра необходимо проверить по буферному раствору, значение pH которого лежит в диапазоне производимых измерений. Измерение pH 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 pH.

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) °C 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 ± 1) °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 ± 1) °, 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 ± 2) °C питательной среды (мясопептонного 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 ± 1) °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 ± 1) °С.

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.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

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», затверджена концерном «Укрцукор» Госпищепрома України в 1993 г.;
- 9 «Інструкція по веденню технологічного процесу свеклосахарного виробництва», затверджена 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.
