

Изменение № 5 ГОСТ 3623—73 Молоко и молочные продукты. Методы определения пастеризации

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.09.89 № 2900

Дата введения 01.01.90

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 3622—68 на ГОСТ 26809—86.

Пункты 2.7, 3.2. Заменить ссылку: ГОСТ 8613—75 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 3.2. Пятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80. Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Метод определения кислой фосфатазы

4.1. Кислая фосфатаза инактивируется при температуре пастеризации молока и сливок 85°C с выдержкой не менее 30 мин, 90°C с выдержкой не менее 5 мин и кипячении; термической обработки сливок 103°C с выдержкой 15—20 с.

Метод определения кислой фосфатазы предназначен для контроля эффективности термической обработки.

4.2. Сущность метода

Метод основан на свойстве кислой фосфатазы катализировать при pH (4,00 ± 0,05) гидролиз динатриевой соли фенолфосфорной кислоты с образованием фенола и фосфата натрия. Фенол с 4-аминоантипирином при добавлении осадителя системы цинк-медь в условиях щелочной реакции образует окрашенное соединение, изменяющее интенсивность окраски от слабо-розовой до темно-вишневой (в зависимости от концентрации фенола). По разнице в интенсивности окраски опытных и контрольных проб определяют активность кислой фосфатазы (соблюдены ли режимы термической обработки).

4.3. Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор потенциометрический с диапазоном измерения 3—4,5 ед. pH, позволяющий измерять pH с погрешностью ± 0,05, по ГОСТ 19881—74 или ГОСТ 16454—79.

Баня водяная с регулируемым подогревом или ультратермостат, обеспечивающие регулирование температуры от 25 до 50°C, с точностью ± 1°C.

Бюретки 3—1—25—0,1; 3—2—25—0,1; 3—1—50—0,1; 3—2—50—0,1
ГОСТ 20292—74.

(Продолжение см. с. 330)

(Продолжение изменения к ГОСТ 3623—73)

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы Кн—2—250—34; 2—250—40; 2—250—50 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы 1—50—2; 1—100—2; 1—250—2; 1—500—2; 1—1000—2; 2—100—2; 2—50—2; 2—250—2; 2—500—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 4—1—1; 4—1—2; 5—1—1; 5—1—2; 6—1—5; 6—1—10; 7—1—5; 7—1—10 по ГОСТ 20292—74.

Пробирки П 4—15—14/23, П 2—16—150 ХС по ГОСТ 25336—82.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Цилиндры 1—50; 1—100; 1—500; 3—50; 3—100 по ГОСТ 1770—74.

Штатив для пробирок.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Фольга алюминиевая для упаковки по ГОСТ 745—79.

4-аминоантипирин, ч.

Аммиак 25 %-ный водный раствор по ГОСТ 3760—79, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная, 0,1 моль/дм³, фиксанал.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61—75, х. ч.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, ч.

Метиловый оранжевый, индикатор с массовой долей 0,1 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч.

Фенилфосфорной кислоты динатриевая соль 2-х водная, ч.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174—77, ч.

4.4. Подготовка к анализу

4.4.1. Приготовление буферного раствора

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 72 см³ ледяной уксусной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Затем подщелачивают концентрированным раствором гидроокиси натрия до (3,78 ± 0,05) рН.

4.4.2. Приготовление и хранение раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и 4-аминоантипирина

(Продолжение см. с. 331)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят (0,300 ± 0,001) г динатриевой соли фенолфосфорной кислоты и (0,021 ± 0,001) г 4-аминоантипирин, 80 см³ дистиллированной воды, содержимое растворяют, добавляют 10 см³ буферного раствора, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

Реактив хранят в темном месте при температуре (20 ± 5) °С не более 2 ч.

4.4.3. *Приготовление осадителя системы цинк-медь*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят (150,00 ± 0,05) г сернокислого цинка и (30,00 ± 0,05) г сернокислой меди, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4.4.4. *Приготовление 3 моль/дм³ раствора аммиака и определение его концентрации*

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ разбавляют 333 см³ аммиака с массовой долей 25 % до метки дистиллированной водой.

Концентрацию раствора аммиака проверяют 0,2 моль/дм³ раствором соляной кислоты, используя в качестве индикатора раствор с массовой долей 0,1 % метилового оранжевого. В коническую колбу вносят 1 см³ исследуемого раствора аммиака, 50 см³ дистиллированной воды, 1—2 капли индикатора, перемешивают и титруют 0,2 моль/дм³ соляной кислотой. Концентрацию аммиака устанавливают по формуле

$$K=0,2 \times A,$$

где K — молярная концентрация исследуемого раствора аммиака, моль/дм³;

0,2 — молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм³;

A — объем израсходованной на титрование соляной кислоты, см³.

Раствор аммиака хранят в плотно закупоренной посуде. Перед взятием аммиака содержимое бутылки перемешивают.

4.5. *Проведение анализа*

4.5.1. *Приготовление опытной пробы*

Исследуемое молоко или сливки вносят по 1 см³ в три пробирки. В одну из пробирок с молоком или сливками добавляют 10 см³ раствора динатриевой соли фенолфосфорной кислоты и 4-аминоантипирин, перемешивают, помещают в водяную баню или ультратермостат с температурой (36 ± 1) °С. Через одинаковые промежутки времени, например, 1 мин, вышеуказанную операцию проводят последовательно с остальными двумя пробирками. Продолжительность выдерживания каждой из трех пробирок в водяной бане или ультратермостате, контролируемая по секундомеру, составляет 90 мин. Затем вносят из бюретки вместе

(Продолжение см. с. 332)

мостью 25 см³ или отмеривают пипеткой по 1 см³ осадителя системы цинк-медь, 0,6 см³ раствора с концентрацией аммиака 3 моль/дм³ через те же промежутки времени, как и при смешивании с раствором соли фенолфосфорной кислоты и 4-аминоантипиррина, перемешивают после добавления каждого реактива, фильтруют и выдерживают 60 мин при температуре (20 ± 5) °С.

4.5.2. Приготовление контрольной пробы

Контрольную пробу готовят следующим способом: в три пробирки вносят по 10 см³ раствора динатриевой соли фенолфосфорной кислоты и 4-аминоантипиррина, выдерживают подобно опытным пробам при температуре (36 ± 1) °С 90 мин. Пробирки вынимают из водяной бани или ультратермостата, добавляют по 1 см³ осадителя системы цинк-медь, 1 см³ исследуемых молока или сливок и 0,6 см³ раствора с концентрацией аммиака 3 моль/дм³ (перемешивание выполняют после каждой добавки), фильтруют и выдерживают 60 мин при температуре (20 ± 5) °С.

Во избежание попадания в содержимое пробирок постороннего фенола пробирки типа П 2 закрывают фольгой, перемешивание выполняется 2-кратным переворачиванием пробирок на 180° и возвращением их в исходное положение.

4.6. Оценка результатов

При полной инактивации кислой фосфатазы в молоке или сливках окраска опытных проб не отличается от окраски контрольных проб. Следовательно, молоко и сливки подвергались пастеризации при температуре 85 °С с выдержкой не менее 30 мин, 90 °С с выдержкой не менее 5 мин и кипячению; сливки подвергались термической обработке при температуре 103 °С с выдержкой 15—20 с.

В зависимости от активности кислой фосфатазы в молоке и сливках окраска опытных проб изменяет цвет от слабо-розового (но более яркого, чем окраска контрольных проб) до темно-вишневого. Следовательно, наличие активности кислой фосфатазы свидетельствует о несоблюдении режимов термической обработки.

(ИУС № 1 1990 г.)