



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ 3696:

МЕЛЯСА БУРЯКОВА

Технічні умови

Видання офіційне

**Київ ДП «УкрНДНЦ»
2026**

ПЕРЕДМОВА

1. РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Цукор і крохмалепаточкові продукти» (ТК 56), Інститут продовольчих ресурсів Національної академії аграрних наук України
2. ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного підприємства «Український науково- дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ») від 2026 р. № з
3. Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленними в національній стандартизації України
4. На ЗАМІНУ ДСТУ 3696-98/ГОСТ 30361–98.

Право власності на цей національний стандарт належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 2026

ЗМІСТ

	с.
1 Сфера застосування	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

Меляса бурякова
Технічні умови

Beet molasses

Beet molasses from sugar beet production

The technical specifications

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на бурякову мелясу — побічну продукцію бурякоцукрового виробництва, яка використовується як сировина для виробництва етилового спирту, біоетанолу, 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

В цьому стандарті наведені посилання на такі стандарти:

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

ДСТУ 7270:2012 Метрологія. Прилади зважувальні еталонні. Загальні технічні вимоги, порядок та методи атестації

ДСТУ EN 45501:2017 (EN 45501:2015, IDT) Метрологічні аспекти неавтоматичних зважувальних приладів

ДСТУ EN ISO 385:2018 (EN ISO 385:2005, IDT; ISO 385:2005, IDT) Посуд лабораторний скляний. Бюретки

ДСТУ ISO 648:2015 (ISO 648:2008, IDT) Посуд лабораторний скляний. Піпетки з однією позначкою

ДСТУ EN ISO 835:2018 (EN ISO 835:2007, IDT; ISO 835:2007, IDT) Посуд лабораторний скляний. Піпетки мірні градуйовані

Піпетки мірні градуйовані

ДСТУ ISO 1771:2006 Термометри загальної призначеності з вкладеною шкалою (ISO 1771:1981)

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосовування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння

(ISO 3696:1987, IDT)

ДСТУ ISO 4787:2009 Посуд лабораторний скляний. Посуд мірний. Методи використання та перевіряння місткості (ISO 4787:1984, IDT)

ДСТУ ГОСТ 2184:2018 (ГОСТ 2184–2013, IDT) Кислота сірчана технічна. Технічні умови

ГОСТ 23350–98 Часы наручные и карманные электронные. Общие технические условия (Годинники наручні та кишенькові електронні. Загальні технічні умови).

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 3118-77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3771-74 Аммоний фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4159-79 Йод. Технические условия

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

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

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220-75 Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Калий йодистый. Технические условия

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

ГОСТ 4328-77 Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 10163-76 Крахмал растворимый. Технические условия

ДСТУ EN 12824:2004 Мікробіологія харчових продуктів і кормів для тварин. Горизонтальний метод виявлення Salmonella (EN 12824:1997, IDT)

ДСТУ 7670: 2014 Сировина і продукти харчові. Готування проб. Мінералізація для визначення вмісту токсичних елементів.

ГОСТ 30178–96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-адсорбционный метод определения токсичных элементов (Сировина та продукти харчові. Атомно-адсорбційний метод визначення токсичних елементів)

ГОСТ 26927-86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения ртути

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

Примітка. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації — каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим стандартом або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

3.1 Характеристика

3.1.1 Бурякова меляса повинна вироблятися відповідно до вимог цього стандарту згідно з «Правила ведення технологічного процесу виробництва цукру з цукрових буряків. Правила усталеної практики 15.83-37-106:2007» [9], з дотриманням 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	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 факультативно-анаеробних мікроорганізмів	$1,0 \times 10^5$	7.7

КУО в 1 г, не більше		
Плісняві гриби, КУО в 1 г, не більше	1,5x 10⁴	7.7

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

3.1.6 **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	0,005	СанПиН 42-123-4540
гама-ізомер		[3]
фостоксин	0,01	СанПиН 42-123-4540
		[3]
ДДТ	0,005	СанПиН 42-123-4540
		[3]

4 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ ТА КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

4.1 Під час випробовування всі виконавці випробовування мають дотримуватись Правил із техніки безпеки згідно з ДНАОП 1.810-1.24 [2], які мають бути наявні в кожній лабораторії.

4.2 Персонал, який виконує випробовування, зобов'язаний пройти інструктаж із техніки безпеки, про що має бути зафіксовано у спеціальному журналі згідно з НПАОП 0.00-4.12 [3].

4.3 Вимоги до природного та штучного освітлення мають відповідати ДБН В.2.5-28 [5].

4.4 Вимоги до опалення, вентилявання і кондиціювання мають відповідати ДБН В.2.5-67 [4].

4.5 Пожежну безпеку здійснюють згідно з НАПБ А.01.001 [1].

4.6 Вимоги до повітря — вміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимі концентрації, встановлені згідно з чинним законодавством.

4.7 До роботи допускають спеціалістів відповідної кваліфікації — кваліфікований робітник або молодий спеціаліст, які мають спеціальну освіту та досвід роботи в хімічній лабораторії, пройшли відповідний тренінг, володіють технікою дослідження й ознайомлені з технікою безпеки під час досліджування.

5 ВИМОГИ ЩОДО 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, передбаченими 3.1.3, 3.1.4, 3.1.5);
- дату проведення випробувань;

— позначення цього стандарту.

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

6.5 Контроль якості бурякової меляси за органолептичними і фізико-хімічними показниками здійснюється шляхом 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 якості бурякової меляси у цій цистерні перевіряють окремо. Результати випробувань поширюються тільки на бурякову мелясу в цій цистерні.

6.6 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.

6.7 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.

6.8 Контроль мікробіологічних показників здійснюється один раз на квартал

6.9 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;
- номери партії;
- маси нетто партії;
- номери 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 ДСТУ EN12824:2004 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 однієї посудини.

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 ± 2) °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 підприємства-виробника, пломбують і опечатують печаткою організації, яка відповідає за продукцію, що контролюється, і транспортують до лабораторії. Проби супроводжують 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 ДСТУ 7670:2014.

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 межею 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 (З)-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 °С і діапазоном вимірювання температури від 0 до 100 °С 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 см³ 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 відкривання.

Для визначення смаку зважують 25 г бурякової меляси, розчиняють у 100 см³ гарячої дистильованої води. Одержаний розчин охолоджують до температури (20 ± 1)°C і визначають смак.

Для визначення розчинності у воді зважують 100 г бурякової меляси і змішують із 100 см³ 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 межею зважування 1 кг згідно з ГОСТ 24104.

Посудини для розведення цукрових продуктів методом 1:1.

Циліндр І (З)-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 добавляють 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 загвинчують кришку і прилад у зібраному вигляді розміщують у водяній бані, нагрітій до температури (80±1) °C. Прилад періодично збовтують для повного розчинення вмісту і рівномірного

перемішування.

Потім посудини з розчином бурякової меляси охолоджують до температури 20 °С і визначають рефрактометром масову частку сухих речовин. Для цього на чисту суху поверхню виміральної 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 °С, 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:

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

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 кварцовим компенсаційним клином або з компенсатором,

що обертається, з міжнародною цукровою шкалою, яка оснащена монохроматичним джерелом світла.

Трубки поляриметричні довжиною $(100,00 + 0,02)$, $(200,00 \pm 0,02)$ 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 межею зважування 200 г і третього класу точності з найбільшою межею зважування 1 кг 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 23498.

Термостат рідинний, що дозволяє підтримувати температуру з відхиленням від заданого значення $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$.

Чашка нейзильберова місткістю 150 см^3 .

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 1-10-2, 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, якості яких не нижча зазначених.

7.4.2 Підготовка до випробування

7.4.2.1 Приготування реактиву Герлеса

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

Розчин Герлеса I готують таким способом: 340 г азотнокислого свинцю $Pb(NO_3)_2$ розчиняють дистильованою водою у мірній колбі місткістю 1000 cm^3 і доводять дистильованою водою до мітки.

Розчин Герлеса II готують таким способом: 32 г гідроксиду натрію (NaOH) розчиняють дистильованою водою у мірній колбі місткістю 1000 cm^3 і доводять дистильованою водою до мітки.

7.4.2.2 Приготування свинцевого оцту

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

Після освітлення розчин фільтрують. Відфільтрований розчин зберігають у міцно закоркованих бутелях.

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

7.4.3 Проведення випробування

Зважують у нейзільберовій чашці 65 г бурякової меляси з похибкою $\pm 0,01$ г, розчиняють невеликими порціями теплої дистильованої води і за допомогою лійки переводять у мірну колбу місткістю 250 cm^3 , охолоджують і освітлюють розчинами реактиву Герлеса у кількості 30-50 cm^3 , додаючи по 5-10 cm^3 кожного, частинами за 4-6 заходів.

Процес освітлення здійснюють таким способом: у колбу з розчином меляси додають розчин Герлеса I і через 15-20 с таку ж саму кількість розчину Герлеса 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 cm^3 до мітки.

Під час освітлення розчином свинцевого оцту його додають по 6-9 cm^3 на кожні 13 г бурякової меляси. У сильнолужних мелясах необхідно попередньо нейтралізувати розчин меляси оцтовою кислотою, розбавленою дистильованою водою у співвідношенні 1:3 у присутності індикатора фенолфталеїну.

Колбу з розчином розміщують у термостаті на 15 хв для досягнення температури $(20,0 \pm 0,1)^\circ C$. Піну, що утворилась 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 лійку годинниковим склом, щоб уникнути випаровування. Перші 10 см³ фільтрату зливають.

Під час одержання темних фільтратів застосовують додаткове освітлення гідросульфідом.

Попередньо видаляють надлишок свинцю. Для цього на кожні 100 см³ фільтрату додають 0,9 г сухого подрібненого порошку однозаміщеного фосфорнокислого амонію (NH₄H₂PO₄), для повного розчинення рідину збовтують, а потім 0,2 г гідросульфіту (Na₂S₂O₄).

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

Освітлення дуже темних розчинів бурякової меляси проводять таким способом: 26 г розчину бурякової меляси, розведеної у співвідношенні 1:1, переводять у мірну колбу місткістю 100 см³, додають дистильовану воду до 0,75 об'єму, освітлюють свинцевим оцтом у кількості 6–9 см³, доводять дистильованою водою до мітки і ретельно перемішують. Вміст колби виливають у сухий чистий стакан, додають 2 г активованого вугілля, перемішують скляною паличкою протягом 30 с і фільтрують через подвійний паперовий фільтр. До одержаного фільтрату додають ще 1 - 2 г активованого вугілля, перемішують скляною паличкою і фільтрують через подвійний паперовий фільтр.

Відфільтрований розчин заливають в поляриметричну трубку з кожухом для водяного охолодження так, щоб не утворились бульбашки повітря, поміщають у камеру цукрометра і підключають до термостата, в якому підтримується температура (20,0 ± 0,1) °С. Проводять три вимірювання з похибкою, яка дорівнює точності приладу, і обчислюють середнє арифметичне значення.

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

7.4.4 Опрацювання результатів

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

$$\Pi = \Pi_{200} \quad \Pi = \Pi_{200} \quad (2)$$

де Π_{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 кварцовим 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 з 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, якості 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 п. 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 ставлять колбу до водяної бані, попередньо нагрітої до температури 75 °С. 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 обчислюють за формулою:

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

де 2 — коефіцієнт;

Π_{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:

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

де I_t — величина інверсійної поляризації, %;

0,0038 — коефіцієнт;

Π — 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, 1-100-2, І-500-2, згідно з ГОСТ 1770.

Скло годинникове.

Ступка порцелянова з товчачиком 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 сірчаноокисла 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 ($Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) розчиняють у дистильованій воді у мірній колбі місткістю 1000 см^3 , за температури $20\text{ }^\circ\text{C}$ 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 у мірній колбі місткістю 1000 см^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 сірчаноюкислої міді ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) розчиняють у 400 см^3 гарячої води.

Розчин Б готують таким способом: 173 г 4-водного виннокислого калію-натрію ($KNaC_4O_6H_4 \cdot 4H_2O$) і 68 г вуглекислого натрію (Na_2CO_3), або 183,5 г 10-водного вуглекислого натрію ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) розчиняють у 500 см^3 гарячої дистильованої води.

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

У мірну колбу добавляють 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 см^3 льодяної оцтової кислоти розбавляють дистильованою водою в мірній колбі місткістю 1000 см^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 см^3 і доводять об'єм дистильованою водою до мітки. Поправочний коефіцієнт розчину йоду встановлюють по розчину тіосульфату натрію.

Приготування розчину крохмалю з масовою часткою 1%

1 г крохмалю розтирають у порцеляновій ступці з 25 см^3 дистильованої

води, і одержане крохмальне молоко вливають у 75 см³ 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 см³ свіжої перевареної дистильованої води, охолоджують і переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³. Додають 2 см³ 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 см³ 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 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) переводять у мірну колбу місткістю 1000 см³, розчиняють і розчин доводять дистильованою водою до мітки.

7.5.2.3 Проведення випробування

Зважують 10 г бурякової меляси з похибкою $\pm 0,01$ г, розчиняють у дистильованій воді, переводять у мірну колбу місткістю 100 см³, освітлюють нейтральним розчином оцтовокислого свинцю в кількості 10 см³, доводять об'єм дистильованою водою до мітки, збовтують і після дво-трихвилинного стояння фільтрують. Піпеткою відбирають 50 см³ фільтрату, переводять у мірну колбу місткістю 100 см³ 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 розчину, що відповідає 1 г меляси, переводять його 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 доторкалася до дна бані. Баня повинна мати такі розміри, щоб кипіння не припинялося під час розміщення в ній 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 крохмалю з масовою часткою 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 P_p у відсотках визначають за формулою:

$$P_p = \frac{(V_{\text{й}} \cdot K_{\text{й}} - V_{\text{т}} \cdot K_{\text{т}}) - K}{H \cdot 10} P_p = \frac{(V_{\text{й}} \cdot K_{\text{й}} - V_{\text{т}} \cdot K_{\text{т}}) - K}{H \cdot 10} \quad (5)$$

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

$K_{\text{й}}$ — 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 межею зважування 200 г 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.

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 1-100-2, 1-1000-2 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 двозаміщений 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 ГОСТ 19729 або пемза.

Допускається використання іншої апаратури, лабораторного посуду з технічними і метрологічними характеристиками, а також реактивів, якості 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 виннокислого калію-натрію, 10 г безводного вуглекислого натрію і 50 г двозаміщеного фосфорнокислого натрію, приливають 500 см³ дистильованої води, нагрітої до температури 50 °С і перемішують 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 паперовий фільтр. Розчин повинен бути абсолютно прозорим.

Реактив зберігають у посуді із темного скла з притертою пробкою.

Приготування розчину соляної кислоти молярної концентрації з (НСІ) = 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 біхромату калію, зваженого у скляному стакані, переводять дистильованою водою у мірну колбу місткістю 1000 см³, за температури 20 °С доводять дистильованою водою до мітки і перемішують.

Приготування розчину крохмалю з масовою часткою 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

(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

8.0 г тіосульфату натрію (Na₂S₂O₃ · 5H₂O) 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, розбавленої дистильованою водою у співвідношенні 1:4. Колбу закривають пробкою, змоченою розчином йодистого калію і залишають у темному місці протягом 10 хв. Потім додають 50-60 см³ дистильованої води, ополіскуючи пробки водою, і титрують розчином тіосульфату натрію до зеленувато-жовтого забарвлення. Потім додають 2 см³ розчину крохмалю з масовою часткою 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:

$$K_T = \frac{20}{V_1} K_T = \frac{20}{V_1} \quad (6)$$

де V_1 — 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 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 крохмалю з масовою часткою 0,5% і дотитровують до знебарвлення. Поправковий коефіцієнт $K_{\text{й}}$ розчину йоду обчислюють за формулою:

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

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 розчину, що відповідає 2,6 г бурякової меляси, переводять розчин 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, що відповідає 0,65 г меляси, 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 її 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 крохмалю з масовою часткою 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 йоду, що вступив в реакцію. Масову частку редукувальних речовин $I_{\text{ц}}$ у відсотках обчислюють (із розрахунку, що 1 см³ розчину йоду молярної концентрації 0,0323 моль/дм³ еквівалентний 1 мг редукувальних речовин) за формулою:

$$I_{\text{ц}} = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 100}{1000 \cdot H} I_{\text{ц}} = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 100}{1000 \cdot H} \quad (8)$$

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, см^3 ;

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

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

$$P_p = \frac{(V_{\text{й}} \cdot K_{\text{й}}) - (V_{\text{т}} \cdot K_{\text{т}}) - K}{H \cdot 10} \quad P_p = \frac{(V_{\text{й}} \cdot K_{\text{й}}) - (V_{\text{т}} \cdot K_{\text{т}}) - K}{H \cdot 10} \quad (9)$$

де: $V_{\text{й}}$ — кількість розчину йоду, витраченого на визначення, см^3 ;

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

$V_{\text{т}}$ — кількість розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування, см^3 ;

$K_{\text{т}}$ — 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 см^3 розчину, одержаного розведенням у 10 разів (10:100) розчину, підготовленого для визначення масової частки сахарози (що відповідає 0,65 г меляси), додали 20 см^3 розчину йоду молярної концентрації 0,0323 моль/ дм^3 . На титрування надлишку йоду витратили 13 см^3 розчину тіосульфату натрію молярної концентрації 0,0323 моль/ дм^3 . На ту ж кількість йоду у контрольному досліді витратили 16,8 см^3 тіосульфату натрію. Отже, кількість йоду, що вступив у реакцію: 16,8 - 13,0 = 3,8 см^3 , тобто у 0,65 г меляси міститься 3,8 мг або у відсотках до маси меляси

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

;

7.5.4 Опрацювання результатів

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

$$C_{збр} = 0,68 \cdot П + 0,96 \cdot I + 0,80 \cdot I_{ц} \quad C_{збр} = 0,68 \cdot П + 0,96 \cdot I + 0,80 \cdot I_{ц}$$

(11)

де П — масова частка сахарози, %;

I — величина інверсійної поляризації, %;

I_ц — 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 десяткового 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, ставлять 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 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 $\pm 0,1$ г, додають 90 см³ стерильної води. Стерилізацію води проводять протягом 20 хв за тиску 0,06 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 ± 1) 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 вирости під час висівання досліджуваної бурякової меляси на щільних живильних середовищах за температури $(30 \pm 1) ^\circ\text{C}$ протягом (72 ± 3) год.

По $(1,00 \pm 0,01) \text{ см}^3$ 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 $15\text{--}20 \text{ см}^3$ 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 $(1,00 \pm 0,01) \text{ см}^3$ кожного відповідного розведення бурякової меляси вносять у дві чашки Петрі. Пробу заливають $15\text{--}20 \text{ см}^3$ 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 | |
| — цинк | |
| — миш'як | |

- згідно з ГОСТ 26933;
- згідно з ГОСТ 26934;
- згідно з ГОСТ 26930;

7.8.2 . Визначення пестицидів здійснюються у сировині (цукрових буряках) або за вимогою споживача згідно з СанПиН 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 та транспортування FLexi Tank (флекситанк) на автомобільній або залізничній платформі.

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 тільки закритою парою до температури не більше 40 °С.

9 ГАРАНТІЇ ВИРОБНИКА

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

9.2 Гарантійний термін зберігання — 12 місяців від моменту приймання

меляси споживачем.

ДОДАТОК А
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 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», 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 Держхарчпро- мом СРСР 18.04.89;
- 8 «Інструкція з питань водного господарства цукрових заводів», затверджена концерном «Укрцукор» Держагропрому України в 1993 р.;
- 9 «Правила ведення технологічного процесу виробництва цукру з цукрових буряків. Правила усталеної практики 15.83-37-106:2007»

УДК 664.15

67.180.10

ОКП 91 2111

Ключові слова: меляса бурякова, органолептичні, фізико-хімічні, мікробіологічні показники, методи визначання, токсичні елементи, охорона навколишнього середовища, транспортування і зберігання