ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51468— 99

КАЗЕИНЫ

Метод определения свободной кислотности

(ISO 5547:1978, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ГУ ВНИМИ)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 186 «Молоко и молочные продукты»

3 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 28 декабря 1999 г. № 623-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 5547:1978 «Казеины. Определение свободной кислотности (контрольный метод)», (ISO 5547:1978 «Caseins; Determination of free acidity (Reference method)», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© ISO, 1978 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЗЕИНЫ

Метод определения свободной кислотности

Caseins.
Method for determination of free acidity

Дата введения — 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кислотные, сычужные и полученные молочно-кислым брожением казеины и устанавливает титриметрический метод определения свободной кислотности (свободных кислот).

Метод основан на водной экстракции кислот при температуре 60 °С, нейтрализации свободных кислот, содержащихся в фильтрате продукта, раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 26809* Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51464 Казеины и казеинаты. Метод определения массовой доли влаги

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 707 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

* ГОСТ 26809.1—2014 в части молока, молочного напитка, молочных и молокосодержащих продуктов, кисломолочных продуктов, мороженого и смеси для мороженого; ГОСТ 26809.2—2014 в части сыра и сырных продуктов, масла из коровьего молока и масляной пасты, сливочно-растительного спреда и сливочно-растительной топленой смеси.

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

свободная кислотность казеина: Объем в $см^3$ раствора гидроксида натрия концентрации $c(NaOH) = 0,1$ моль/$дм^3$, необходимого для титрования водного экстракта 1 г казеина.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности, наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Баня водяная, обеспечивающая температурный режим (60 ± 2) °С.

Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1,0 °С.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 и 500 $см^3$ с притертыми стеклянными пробками.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770, вместимостью 250 $см^3$.

Пипетка с одной отметкой по ГОСТ 29169, вместимостью 100 $см^3$.

Пипетка градуированная по ГОСТ 29228, 2-го класса точности, вместимостью 0,5 $см^3$.

Бюретка градуированная по ГОСТ 29251, 1-го класса точности, вместимостью 10 $см^3$ и ценой деления 0,02 $см^3$.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги.

Сито из проволочной сетки диаметром 200 мм, размером стороны ячейки 500 мкм.

Воронка по ГОСТ 25336, типа В, диаметром 75 мм.

Палочки стеклянные.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(NaOH) = 0,1$ моль/$дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенолфталеин, раствор концентрации 10 г/$дм^3$.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных.

5 Отбор проб

Отбор проб и подготовка их к определению — по ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций — по ГОСТ Р ИСО 707.

6 Подготовка к определению

6.1 Подготовка пробы

6.1.1 В колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают (50 ± 1) г казеина, закрывают колбу пробкой и перемешивают образец десятикратным переворачиванием и встряхиванием колбы.

6.1.2 Тщательно перемешанную пробу переносят на лабораторное сито и просеивают.

6.1.3 Если 50 г пробы полностью просеивается через сито, то проба пригодна для дальнейшего определения.

6.1.4 Если проба полностью или частично не проходит через сито, то вновь (50 ± 1) г пробы измельчают на измельчающем устройстве. Затем пробу полностью просеивают и переносят в колбу вместимостью 250 см^3, закрывают пробкой и тщательно перемешивают десятикратным переворачиванием колбы. При подготовке пробы к определению необходимо исключить попадание влаги в пробу.

7 Проведение определения

7.1 Взвешивают (10,00 ± 0,01) г казеина по 6.1, помещают его в коническую колбу вместимостью 250 см^3, цилиндром добавляют 200 см^3 дистиллированной воды, предварительно нагретой до температуры 60 °С. Колбу закрывают притертой пробкой, перемешивают ее содержимое и помещают в водяную баню температурой (60 ± 2) °С на 30 мин. Встряхивают колбу с интервалами в 10 мин.

7.2 Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр, помещенный в воронку.

7.3 Фильтрат охлаждают до температуры 20 °С. Фильтрат должен быть прозрачным.

7.4 Пипеткой отбирают 100 см^3 охлажденного фильтрата в коническую колбу. Добавляют 0,5 см^3 раствора фенолфталеина. Титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабой розовой окраски, продолжая эту операцию не менее 30 с. Измеряют объем раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, с отсчетом результата до 0,01 см^3.

8 Обработка результатов

8.1 Свободную кислотность казеина T_1, см^3/г, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{20VT}{m}, \qquad (1)$$

где 20 — коэффициент пересчета кислотности пробы массой 10 г на 1 г с учетом разбавления;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, см^3;

T — титр раствора гидроокиси натрия;

m — масса навески, г.

Результат расчета округляют до второго десятичного знака.

8.2 Свободную кислотность казеина в пересчете на сухое вещество T_2, см^3/г, вычисляют по формуле

$$T_2 = T_1 \cdot \frac{100}{100 - m_1}, \qquad (2)$$

где m_1 — массовая доля влаги в образце, %, определенная по ГОСТ Р 51464;

100 — массовая доля абсолютно сухого вещества, %.

9 Метрологические характеристики

9.1 Сходимость

Разность двух результатов определений, полученных при анализе одной и той же пробы одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, не должна превышать 0,02 см^3 раствора гидроокиси натрия на 1 г продукта при вероятности P = 0,95.

9.2 Воспроизводимость

Разность двух единичных и независимых результатов определений, полученных двумя лаборантами, работающими в разных лабораториях с одной и той же пробой, не должна превышать 0,04 см^3 раствора гидроокиси натрия на 1 г продукта при вероятности P = 0,95.

9.3 Если расхождение результатов двух параллельных определений (сходимость) превышает 0,02 см^3 раствора гидроокиси натрия на 1 г продукта, повторно проводят два новых определения.

УДК 637.2/.3/.147.2:006.354 ОКС 67.160.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: определение, казеин, свободная кислотность, титриметрический метод, волюметрический анализ

Редактор *Е.В. Лукьянова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.08.2018 Подписано в печать 23.08.2018. Формат 60×84 1/8 Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru