ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54045— 2010 (ИСО 5943:2006)

СЫРЫ И ПЛАВЛЕНЫЕ СЫРЫ

Определение содержания хлоридов. Метод потенциометрического титрования

(ISO 5943:2006, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН ОАО «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» и Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» Россельхозакадемии (ГНУ «ВНИИМС» Россельхозакадемии) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 661-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 5943:2006 «Сыры и продукты из плавленого сыра. Определение содержания хлоридов. Метод потенциометрического титрования» (ISO 5943:2006 «Cheese and processed cheese products — Determination of chloride content — Potentiometric titration method», MOD). В настоящем стандарте внесены уточнения путем изменения содержания отдельных структурных элементов, слов, фраз для учета особенностей национальной экономики и национальной стандартизации Российской Федерации, выделенных в тексте курсивом.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДБ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 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 информационном 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2011, 2019

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 *Сущность* метода 2
5 *Средства измерений, аппаратура, посуда, реактивы, материалы* 2
6 Отбор проб 3
7 *Подготовка к проведению испытаний* 3
8 *Проведение испытаний* 3
9 *Обработка результатов* 3
10 *Оформление результатов* 4
11 *Контроль точности результатов анализа* 4
12 Требования безопасности 5
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта 6
Приложение ДБ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 7
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СЫРЫ И ПЛАВЛЕНЫЕ СЫРЫ

Определение содержания хлоридов. Метод потенциометрического титрования

Cheese and processed cheese products. Determination of chloride content. Potentiometric titration method

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод потенциометрического титрования для определения содержания хлоридов в сырах, плавленых сырах и сырных продуктах.

Данный метод применим ко всем сырам, плавленым сырам и сырным продуктам, содержащим более 0,2 % хлорид-иона.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26809 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб к анализу[1)]

[1)] Действует ГОСТ Р 55063—2012 и ГОСТ Р 55361—2012.

Издание официальное

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

ГОСТ Р ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание хлоридов в сырах, плавленых сырах и сырных продуктах:** Массовая доля хлоридов, определенная по методике, установленной в *настоящем* стандарте.

Примечание — Содержание хлоридов может быть выражено в виде массовой доли хлорид-иона или хлорида натрия, или любого другого хлорида.

4 *Сущность* метода

Метод основан на суспензировании анализируемой пробы продукта в воде, подкислении суспензии азотной кислотой и последующем потенциометрическом титровании хлорид-ионов стандартным раствором нитрата серебра.

5 *Средства измерений, аппаратура, посуда, реактивы, материалы*

5.1 *Устройство, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги, вместимостью стакана до 200 см^3 или терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией.*

5.2 Весы лабораторные 2-го класса точности, *с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г.*

5.3 Смеситель или блендер.

5.4 Потенциометр, снабженный измерительным электродом для определения хлоридов (например, серебряный электрод) и электродом сравнения [например, ртутно(I)-сульфатный электрод или $ЭС_р$-10101, заполненный раствором KNO_3].

5.5 *Стакан по ГОСТ 25336,* пригодный для смешивания и титрования, *вместимостью 100 см^3.*

5.6 *Колба мерная по ГОСТ 1770, вместимостью 1000 см^3.*

5.7 Цилиндры мерные *по ГОСТ 1770,* вместимостью 10 и 50 см^3.

5.8 Бюретка *по ГОСТ 29251* с ценой деления 0,1 см^3, вместимостью 50 см^3, или автоматическая бюретка с поршнем, *с ценой деления 0,01 см^3.* Предпочтительна бюретка или автоматическая бюретка с поршнем из темного стекла.

5.9 Магнитная мешалка.

5.10 Азотная кислота *с* (HNO_3) = 0,1 моль/дм^3.

5.11 Стандартный раствор нитрата серебра *с* ($AgNO_3$) = 0,08 моль/дм^3 — 0,12 моль/дм^3 *или стандарт-титр азотнокислого серебра с ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3.*

5.12 *Стандарт-титр хлористого натрия с(NaCl) = 0,1 моль/дм^3.*

5.13 *Вода дистиллированная по ГОСТ 6709* или деионизированная, или эквивалентной чистоты.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций — по [1].

Представительная проба, доставленная в лабораторию, не должна быть подвержена порче или изменению при транспортировании или хранении.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Приготовление стандартного раствора нитрата серебра молярной концентрацией от 0,08 до 0,12 моль/дм^3

7.1.1 В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют от (13,6 ± 0,001) г до (20,4 ± 0,001) г нитрата серебра в воде, не содержащей диоксида углерода, объем раствора доводят до метки.

7.1.2 Устанавливают точную концентрацию раствора нитрата серебра раствором хлорида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 по *ГОСТ 25794.1—83* (пункт 1.7.2). Точную концентрацию стандартного раствора нитрата серебра выражают с точностью до четвертого десятичного знака.

Хранят раствор в емкости из темного стекла в защищенном от света месте.

7.2 Подготовка пробы

Перед анализом удаляют корку, сырную слизь или заплесневелый поверхностный слой, чтобы получить представительную пробу в том виде, в котором продукт обычно употребляется.

Измельчают или протирают пробу с помощью соответствующего устройства. Быстро перемешивают измельченную или протертую массу и, при необходимости, измельчают или протирают вторично, и вновь тщательно перемешивают. Если пробу невозможно измельчить или протереть, ее тщательно перемешивают или растирают.

Анализ пробы следует проводить сразу после ее измельчения. Если задержка анализа неизбежна, пробу помещают в воздухонепроницаемый контейнер или колбу с притертой пробкой, чтобы обеспечить надлежащее сохранение пробы и предотвратить конденсацию влаги на внутренней поверхности контейнера. Температура хранения пробы должна быть от 10 °С до 12 °С.

Очистку измельчающего устройства проводят после подготовки каждой пробы.

8 Проведение испытаний

8.1 Из подготовленной по 7.2 пробы отбирают в стакан вместимостью 100 см^3 пробу для анализа продукта массой от 2 до 5 г и взвешивают с отсчетом показаний до третьего знака после запятой.

8.2 Добавляют 30 см^3 воды (5.13) температурой (55 ± 2) °С и суспензируют пробу для анализа. Промывают смеситель 10 см^3 воды, собирая промывные воды в тот же стакан.

8.3 В стакан добавляют 2—3 см^3 азотной кислоты, помещают в суспензию измерительный электрод и электрод сравнения.

Титруют содержимое стакана стандартным раствором нитрата серебра при непрерывном перемешивании до достижения конечной точки титрования, что соответствует максимальной разности потенциалов, наблюдаемой между двумя последовательными добавлениями равных объемов порций (по 0,05 см^3) стандартного раствора нитрата серебра.

8.4 Проводят определение хлоридов в контрольном опыте, используя вместо пробы продукта 40 см^3 дистиллированной воды и 2—3 см^3 азотной кислоты.

9 Обработка результатов

9.1 *Массовую долю хлоридов X_{Cl}, %, вычисляют по формуле*

$$X_{Cl} = \frac{(V_1 - V_0) \cdot \frac{c}{1000} \cdot M}{m} 100, \quad (1)$$

где V_0 — объем стандартного раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование при контрольном опыте, см^3;

V_1 — объем стандартного раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

c — концентрация стандартного раствора нитрата серебра, моль/дм^3;

M — молярная масса для выражения результата в виде массовой доли хлорида в процентах;

m — масса пробы для анализа, г.

Например,

M = 35,5 для выражения массовой доли Cl^-,

M = 58,4 для выражения массовой доли NaCl,

M = 74,6 для выражения массовой доли KCl.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое двух параллельных определений с точностью до второго десятичного знака.

10 *Оформление результатов*

Результаты измерений при записи в документах представляют в виде

$$(X \pm \Delta) \text{ при } P = 0{,}95, \quad (2)$$

где X — окончательный результат измерения массовой доли хлоридов, %;

Δ — показатель точности метода — границы, в которых находится абсолютная погрешность измерений, %.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За окончательный результат измерений массовой доли хлоридов принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие (2).

11 *Контроль точности результатов анализа*

11.1 Характеристики погрешности и ее составляющих при P = 0,95 рассчитаны в соответствии с требованиями *ГОСТ Р ИСО 5725-2* и приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование продукта	Диапазон измерений массовой доли хлоридов, %	Повторяемость σ_r	Воспроизводимость σ_R	Предел повторяемости (для двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (для двух параллельных определений) R	Точность (границы, в которых находится абсолютная погрешность метода) ± Δ
Сыры и плавленые сыры	От 0,5 до 7,0	0,02	0,03	0,006	0,008	0,06

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли хлоридов, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований *ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002* (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — значения двух параллельных массовой доли хлоридов, полученные в условиях повторяемости;

r — предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 1.

Если условие (2) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с *ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002* (подпункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли хлоридов, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований *ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002* (подпункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми, если выполняется условие

$$|X'_1 - X'_2| \le R, \quad (4)$$

где X'_1, X'_2 — значения определений активной кислотности в молоке и продуктах переработки молока, полученные в двух лабораториях, в условиях воспроизводимости;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1.

12 Требования безопасности

12.1 При выполнении всех работ необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с *ГОСТ 12.1.007*.

12.2 Помещение должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по *ГОСТ 12.4.021*. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных *ГОСТ 12.1.005*.

12.3 При работе с электроустановками требования безопасности должны соответствовать *ГОСТ 12.1.019*.

12.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по *ГОСТ 12.1.004* и быть оснащено средствами пожаротушения по *ГОСТ 12.4.009*.

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта	Структура ИСО 5343:2006
1 Область применения	1 Область применения
2 Нормативные ссылки	—
3 Термины и определения	2 Термины и определения
4 *Сущность* метода	3 Принцип
5 *Средства измерений, аппаратура, посуда, реактивы, материалы*	4 Реактивы 5 Аппаратура
6 Отбор проб	6 Отбор проб
7 *Подготовка к проведению испытаний*	7 Подготовка пробы для испытания
8 *Проведение испытаний*	8 Методика 8.1 Проба для анализа 8.2 Определение 8.3 Контрольный опыт
9 *Обработка результатов* 10 *Оформление результатов*	9 Расчет и выражение результатов 9.1 Расчет 9.2 Выражение результатов
11 *Контроль точности результатов анализа*	10 Прецизионность 10.1 Межлабораторное испытание 10.2 Повторяемость 10.3 Воспроизводимость
12 Требования безопасности	—
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта	—
Приложение ДБ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте	—
Библиография	—

Приложение ДБ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДБ.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002	IDT	ISO 5725-2:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Общие принципы и определения»
ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002	IDT	ISO 5725-6:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике»
ГОСТ 12.1.004—91	—	—
ГОСТ 12.1.005—88	—	—
ГОСТ 12.1.007—76	—	—
ГОСТ 12.1.019—2017	—	—
ГОСТ 12.4.009—83	—	—
ГОСТ 12.4.021—75	—	—
ГОСТ 1770—74	MOD MOD	ISO 1042:1983* «Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой» ISO 4788:1980** «Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры»
ГОСТ 6709—72	—	—
ГОСТ 25336—82	—	—
ГОСТ 25794.1—83	—	—
ГОСТ 26809—86	—	—
ГОСТ 29251—91	MOD	ISO 385-1:1984*** «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

* Заменен на ИСО 1042:1998.

** Заменен на ИСО 4788:2005.

*** Заменен на ИСО 385:2005.

Библиография

[1] ИСО 707:2008 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб

УДК 637.11.001:006.354 ОКС 67.100.30

Ключевые слова: сыр, плавленый сыр, сырный продукт, метод потенциометрического титрования, сущность метода, содержание хлоридов, стандартный раствор, нитрит серебра, проведение испытаний, контроль точности результатов анализа

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 21.11.2019. Подписано в печать 01.12.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,91.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru