МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31976— 2012

ЙОГУРТЫ И ПРОДУКТЫ ЙОГУРТНЫЕ

Потенциометрический метод определения титруемой кислотности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 3 декабря 2012 г. № 54-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1786-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31976—2012 введен в качества национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2018 г.

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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, 2018

В Российской Федерации 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

Поправка к ГОСТ 31976—2012 Йогурты и продукты йогуртные. Потенциометрический метод определения титруемой кислотности (Издание, сентябрь 2018 г.)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2. Нормативные ссылки	ГОСТ 26809—2014 Молоко, молочные составные и молокосодержащие продукты	ГОСТ 26809.1—2014 Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

(ИУС № 4 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЙОГУРТЫ И ПРОДУКТЫ ЙОГУРТНЫЕ

Потенциометрический метод определения титруемой кислотности

Yogurts and yogurt's products. Potentiometric method for determination of titratable acidity

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения титруемой кислотности йогурта и йогуртных продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ISO 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72*** Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

ГОСТ 26809–2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные составные и молокосодержащие продукты

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144.

Издание официальное

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **метод потенциометрического титрования:** Потенциометрический метод, основанный на определении точки эквивалентности по результатам потенциометрических измерений.

3.2 **титруемая кислотность:** Объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, пошедший на нейтрализацию кислот, содержащихся в пробе продукта, разбавленной в два раза водой, в присутствии индикатора фенолфталеина.

4 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации кислот, содержащихся в продукте, раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 до заранее заданного значения pH и индикации точки эквивалентности при помощи потенциометрического анализатора.

5 Отбор проб исследуемого продукта

5.1 Отбор проб и подготовка их к анализу – по ГОСТ 26809.1.

5.2 Пробу хранят в условиях, предотвращающих ее порчу и изменение состава.

6 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории следует соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %;

атмосферное давление . . . . . (95 ± 10) кПа.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Анализатор потенциометрический диапазоном измерения от 1 до 14 pH, с допускаемой абсолютной погрешностью ±0,05 pH.

Весы лабораторные по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, с пределом допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 г.

Термометр лабораторный жидкостный диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С ценой деления шкалы 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры от 0 до 100 °С с допускаемой погрешностью ±2 °С.

Гомогенизатор роторный с четырехлопастным ножом, угловой скоростью вращения ножей от 1000 до 10000 мин$^{-1}$, включающего емкость вместимостью 1,0 дм^3.

Магнитная мешалка.

Бюретки 1—1(2)—1—25—0,05, 1—1(2)—2—25—0,05 по ГОСТ 29251.
Колбы 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.
Колбы П-2-500-34 ТС по ГОСТ 25336.
Пипетки 2-2-10 по ГОСТ 29169.
Стаканы В-1-50 ТС, В-2-50 ТС, В-1-500 ТС, В-2-500 ТС по ГОСТ 25336.
Шпатель металлический или ложка.
Палочки стеклянные оплавленные.
Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.
Натрия гидроокись, х. ч или ч. д. а, по ГОСТ 4328, или стандарт-титр — раствор NaOH молярной концентрации (0,100 ± 0,002) моль/дм^3, свободный от углерода.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка проб

8.1.1 Подготовка йогурта, йогуртных продуктов (в т.ч. с сахаром, и/или ароматизированных, и/или обогащенных)

Продукт максимально полно освобождают от упаковки, помещают в стакан вместимостью 500 см^3 и нагревают на водяной бане до температуры (23 ± 2) °С, тщательно перемешивая шпателем до получения однородной смеси, перемещая нижние слои пробы к поверхности. Подготовленный образец переносят в колбу вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой.

8.1.2 Подготовка йогурта и йогуртных продуктов с фруктовыми (овощными) наполнителями

Подготовленный по 8.1.1 образец гомогенизируют в течение 1—3 мин при частоте вращения ножей от 2000 до 5000 мин$^{-1}$ до получения однородной массы. Образец переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см^3.
Если в пробе наблюдают отделение жира, то для обеспечения лучшей гомогенизации образец нагревают на водяной бане до температуры (36 ± 2) °С. После гомогенизации образец переносят в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см^3 и охлаждают до температуры (23 ± 2) °С.
Во избежание расслоения продукта пробу для анализа отбирают сразу после гомогенизации.

8.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия (NaOH) молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3

Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 и проверку его молярной концентрации проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1.
Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С не более 1 мес в бутыли из темного стекла.
Необходимо предохранять раствор от абсорбции двуокиси углерода.
Для предотвращения абсорбции двуокиси углерода бутыль с раствором гидроокиси натрия соединяют с бюреткой, в которой также находится раствор гидроокиси натрия, или присоединяют к концу бюретки маленькую трубку, заполненную смесью свежих гидроокиси натрия и окиси кальция, чтобы получить замкнутую систему. При этом двуокись углерода будет накапливаться в чистой бутылке или трубке, и тем самым раствор в бюретке будет защищен от абсорбции двуокиси углерода, которая изменяет концентрацию гидроокиси натрия в растворе.

9 Проведение измерений

В стакан вместимостью 50 см^3 помещают (10,00 ± 0,01) г анализируемой пробы, добавляют 20 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают.
В стакан помещают стержень магнитной мешалки и устанавливают стакан на магнитную мешалку. Включают двигатель мешалки и погружают электроды потенциометрического анализатора в стакан со смесью. Содержимое стакана титруют раствором гидроокиси натрия до точки эквивалентности

(8,80 ± 0,01) pH. При достижении pH 4,0 интервал между последующими прикапываниями щелочи должен составлять не менее 20 с; при достижении pH 8,3 интервал должен составлять не менее 30 с; при достижении pH 8,8 добавление щелочи прекращают.

Измеряют объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование смеси, с отсчетом результата измерений до 0,05 $см^3$.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Титруемая кислотность пробы w, в градусах Тернера, равна объему водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/$дм^3$, затраченному на нейтрализацию 10 г йогурта или йогуртного продукта, умноженному на 10.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

10.2 Титруемую кислотность пробы w, ммоль/ г, вычисляют по формуле

$$W = \frac{0,9V}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,9 — коэффициент пересчета объема гидроокиси натрия на количество молей молочной кислоты в 100 г пробы, ммоль/$см^3$;

m — масса пробы, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

10.3 Контроль точности результатов измерений

10.3.1 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения титруемой кислотности, °Т, при P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерения титруемой кислотности, °Т	Предел повторяемости r, °Т	Предел воспроизводимости R, °Т	Границы абсолютной погрешности ± Δ, °Т
От 50 до 180 включ.	1,00	2,30	1,60

10.3.2 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения титруемой кислотности, ммоль/г, при P = 0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерения титруемой кислотности, ммоль/г	Предел повторяемости r, ммоль/г	Предел воспроизводимости R, ммоль/г	Границы абсолютной погрешности ±Δ, ммоль/г
От 5,00 до 30,0 включ.	0,55	1,10	0,78

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений титруемой кислотности в исследуемых продуктах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ISO 5725-6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1, X_2 — значения двух параллельных определений титруемой кислотности в исследуемых продуктах, полученные в условиях повторяемости, °Т (ммоль/г);

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблицах 1, 2, °Т (ммоль/г).

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6.

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

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений кислотности в исследуемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ISO 5725-6.

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R,$$

где X'_1, X'_2 — значения двух измерений кислотности в исследуемых продуктах, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, 1, 2, °Т (ммоль/г);

R — предел воспроизводимости, значения которых приведены в таблицах 1, 2, °Т (ммоль/г).

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6.

12 Оформление результатов измерений

Результат определения титруемой кислотности в исследуемых продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{ср} \pm \Delta, \text{ °Т (или ммоль/г), при } P = 0{,}95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, °Т (или ммоль/г).

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, °Т или ммоль/г (таблицы 1, 2).

13 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005;

- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;

- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009.

УДК 637.146.001.4:006.354 МКС 67.100.10

Ключевые слова: йогурты, продукты йогуртные, титруемая кислотность, метод потенциометрического титрования, точка эквивалентности, метрологические характеристики

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.09.2018. Подписано в печать 25.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93 Уч.-изд. л. 0,70.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении 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

Поправка к ГОСТ 31976—2012 Йогурты и продукты йогуртные. Потенциометрический метод определения титруемой кислотности (Издание, сентябрь 2018 г.)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2. Нормативные ссылки	ГОСТ 26809—2014 Молоко, молочные составные и молокосодержащие продукты	ГОСТ 26809.1—2014 Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

(ИУС № 4 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru