МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31978— 2012

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Метод измерения активной кислотности

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт 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. № 1784-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31978—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51467—99*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2019 г.

---

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1784-ст ГОСТ Р 51467—99 отменен с 15 февраля 2015 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Метод измерения активной кислотности

Caseins and caseinates. Method for determination of pH

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на казеины и казеинаты и устанавливает потенциометрический метод измерения активной кислотности в водных экстрактах казеинов и водных растворах казеинатов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

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 12026 Бумага фильтровальная 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 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

---

* Действует ГОСТ 26809.1—2014.

Издание официальное

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

ГОСТ ИСО 5725-6* 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 и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ 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 применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **активная кислотность:** Концентрация свободных ионов водорода, находящихся в растворе, выраженная в единицах pH.

4 Сущность метода

Метод основан на определении активности ионов водорода с помощью потенциометрического анализатора.

5 Отбор проб исследуемого продукта

Отбор проб и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.

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 (или pH-метр) с диапазоном измерения от 1 до 14 pH и 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, с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1,0 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Колбы 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Воронки В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-100-29/32 ТС, Кн-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-50 ТС, В-2-50 ТС по ГОСТ 25336.

---

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

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

Миксер со стаканом вместимостью 250 см^3.

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

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Шпатель металлический.

Стандарт-титры 2-го разряда по ГОСТ 8.135 для приготовления образцовых буферных растворов с номинальными значениями 4,5; 7,0 и 9,0 pH.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка проб

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

8.1.2 Тщательно перемешанную пробу просеивают на лабораторном сите.

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

8.1.4 Если проба частично или полностью не проходит через сито, то (50 ± 1) г пробы измельчают на измельчающем устройстве. Затем пробу полностью просеивают, 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.

8.2 Приготовление экстрактов казеинов и растворов казеинатов

8.2.1 Казеины

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают (5,0 ± 0,1) г казеина по 8.1, добавляют 30 см^3 дистиллированной воды температурой (20 ± 2) °С и закрывают колбу пробкой. Колбу встряхивают в течение (10 ± 2) с и оставляют в покое на (20 ± 1) мин при температуре (20 ± 2) °С.

8.2.2 Казеинаты

В стакан миксера наливают 95 см^3 дистиллированной воды, добавляют (5,0 ± 0,1) г казеината по 8.1 и перемешивают в течение (30 ± 2) с при температуре (20 ± 2) °С.

8.3 Приготовление буферных растворов

Буферные растворы для pH-метрии готовят из фиксаналов в соответствии с требованиями ГОСТ 8.135.

Растворы хранят при температуре (20 ± 2) °С в течение месяца.

8.4 Настройка потенциометрического анализатора (pH-метра)

pH-метр настраивают в соответствии с инструкцией по эксплуатации, прилагаемой к прибору.

Если анализируют серии образцов, то настройку pH-метра проводят одним или более стандартными буферными растворами каждые 30 мин.

При однократных измерениях с периодичностью более 30 мин настройку pH-метра проводят непосредственно перед измерением.

9 Проведение измерений

9.1 Перед каждым измерением электроды промывают дистиллированной водой, остатки воды с электродов удаляют фильтровальной бумагой.

9.2 Из колбы с экстрактом казеина осторожно сливают надосадочную жидкость в стакан вместимостью 50 см^3 и погружают электроды потенциометрического анализатора (или pH-метра). Электроды

не должны касаться стенок и дна стакана. Немедленно измеряют активную кислотность с отсчетом результата измерений до 0,05 pH.

9.3 Из стакана миксера с раствором казеината наливают 20 см^3 раствора в стакан вместимостью 50 см^3 и погружают электроды потенциометрического анализатора. Электроды не должны касаться стенок и дна стакана. Немедленно измеряют активную кислотность с отсчетом результата измерений до 0,05 pH.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Проводят два параллельных измерения. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

10.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения активной кислотности при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование продукта	Диапазон измерений активной кислотности, pH	Предел повторяемости r, pH	Предел воспроизводимости R, pH	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, pH
Казеин сычужный	От 5,0 до 8,0 включ.	0,10	0,20	0,15
Казеин кислотный	От 3,0 до 6,0 включ.	0,10	0,20	0,15
Казеинат	От 5,5 до 7,0 включ.	0,05	0,15	0,10

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

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

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

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

где X_1, X_2 — значения двух параллельных определений активной кислотности в исследуемых продуктах, полученные в условиях повторяемости, pH;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 1, pH.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 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 активной кислотности в исследуемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 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 активной кислотности в исследуемых продуктах, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, pH;

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

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

12 Оформление результатов

Результат измерения активной кислотности в исследуемых продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде

$$X_{ср} \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, pH;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, pH (таблица 1).

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 637.147.2:543.06:005.354 МКС 67.100.10

Ключевые слова: казеин, казеинаты, активная кислотность, pH-метр, буферные растворы, активность ионов, условия проведения измерений, отбор проб, обработка результатов измерений, оформление результатов

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 02.12.2019 Подписано в печать 06.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
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