МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 12081— 2013

МОЛОКО

Определение содержания кальция. Титриметрический метод

(ISO 12081:2010, IDT)

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 Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») совместно с Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом маслоделия и сыроделия Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМС Россельхозакадемии) на основе собственного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июня 2013 г. № 57-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1706-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 12081—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 12081:2010 «Молоко. Определение содержания кальция. Титриметрический метод» (ISO 12081:2010 «Milk — Determination of calcium content — Titrimetric method», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Milk and milk products» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Food products» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной федерацией по молочному животноводству (IDF)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2019 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»

© ISO, 2010 — Все права сохраняются
© 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО

Определение содержания кальция. Титриметрический метод

Milk.
Determination of calcium content.
Titrimetric method

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания кальция в молоке и молоке, восстановленном из сгущенного молока с сахаром и без него или из сухого молока.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **содержание кальция в молоке (calcium content in milk):** Массовая доля веществ, определенных по методу, установленному в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание кальция выражают в процентах массовой доли.

3 Принцип

Белковые вещества осаждают в пробе для анализа трихлоруксусной кислотой, а затем фильтруют. Осаждают кальций в фильтрате в виде оксалата кальция и отделяют центрифугированием. Титруют промытый и растворенный осадок перманганатом калия.

4 Реактивы и материалы

Если не указано иначе, используют реактивы только признанного аналитического качества и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты.

4.1 Раствор трихлоруксусной кислоты I ($C_2HCl_3O_2$), концентрацией 200 г/дм^3.

4.2 Раствор трихлоруксусной кислоты II, концентрацией 120 г/дм^3.

4.3 Оксалат аммония ($C_2H_8N_2O_4$), насыщенный охлажденный раствор.

4.4 Раствор метилового красного

Растворяют 0,05 г метилового красного ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) в 100 см^3 этанола (96 % объемная доля).

4.5 Раствор уксусной кислоты ($C_2H_4O_2$), 20 % объемная доля.

4.6 Раствор аммиака I

Смешивают равные объемы раствора аммиака (NH_3) (25 % массовая доля) и воды.

4.7 Раствор аммиака II

Разбавляют 2 см^3 раствора аммиака (25 % массовая доля) водой до 100 см^3.

Издание официальное

4.8 Серная кислота (H_2SO_4)

Добавляют 20 $см^3$ серной кислоты (98 % массовая доля) к 80 $см^3$ воды.

4.9 Титрованный раствор перманганата калия, $c(KMnO_4)$ = 0,004 моль/$дм^3$ ± 0,0001 моль/$дм^3$

Проверяют титр в соответствии с обычной лабораторной практикой с помощью щавелевой кислоты или оксалата натрия.

5 Оборудование и материалы

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

5.1 Весы аналитические, способные взвешивать с точностью до 0,01 г, с возможностью отсчета до 0,001 г.

5.2 Колба мерная с одной меткой вместимостью 50 $см^3$, по [4], класс А.

5.3 Пипетка вместимостью 20 $см^3$, по [2], класс А.

5.4 Центрифуга, обеспечивающая радиальное ускорение 1400 *g*.

5.5 Пробирки центрифужные, цилиндрические и с круглым дном, вместимостью примерно 30 $см^3$, градуированные на 20 $см^3$.

5.6 Пипетки вместимостью 2 $см^3$ и 5 $см^3$, по [2], класс А.

5.7 Устройство отсасывающее с капиллярной трубкой.

5.8 Баня водяная, способная поддерживать воду при температуре кипения.

5.9 Бюретка градуированная с ценой деления 0,02 $см^3$, по [1], класс А.

5.10 Бумага фильтровальная беззольная, для медленного фильтрования.

6 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в [3].

Важно доставить в лабораторию действительно представительную пробу, которая не была подвергнута порче или изменению во время транспортировки или хранения.

7 Приготовление пробы для испытания

Доводят пробу для испытания молока или восстановленного молока до температуры (20 ± 2) °С и тщательно перемешивают. Если не образуется гомогенная дисперсия жира, медленно нагревают пробу до 40 °С, затем осторожно перемешивают путем многократного переворачивания и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

8 Порядок проведения анализа

8.1 Проба для анализа

Переносят примерно 20 г приготовленной пробы для испытания (см. раздел 7) в мерную колбу (5.2), используя пипетку (5.3). Взвешивают пробу с точностью до 0,01 г.

8.2 Определение

8.2.1 Осаждение белковых веществ

Постепенно добавляют при встряхивании раствор трихлоруксусной кислоты I (4.1) к пробе для анализа (8.1) до тех пор, пока не получат объем 50 $см^3$. Энергично встряхивают в течение нескольких секунд и оставляют в покое на 30 мин. Фильтруют через фильтровальную бумагу (5.10), обращая внимание на то, чтобы фильтрат был прозрачным.

8.2.2 Осаждение кальция в виде оксалата и отделение оксалата

Отбирают пипеткой (5.6) 5 $см^3$ прозрачного фильтрата (см. 8.2.1), 5 $см^3$ раствора трихлоруксусной кислоты II (4.2), 2 $см^3$ раствора оксалата аммония (4.3), две капли раствора метилового красного (4.4) и 2 $см^3$ раствора уксусной кислоты (4.5) в центрифужную пробирку (5.5). Перемешивают взбалтыванием.

Добавляют в полученный в пробирке раствор по каплям раствор аммиака I (4.6) до тех пор, пока окраска не станет бледно-желтой. Затем добавляют несколько капель раствора уксусной кислоты (4.5) до тех пор, пока окраска не станет розовой. Оставляют в покое на 4 ч при комнатной температуре.

Разбавляют содержимое центрифужной пробирки до 20 см^3 водой. Центрифугируют пробирку при ускорении 1400 *g* в течение 10 мин. Удаляют прозрачную надосадочную жидкость из центрифужной пробирки с помощью отсасывающего устройства (5.7).

Промывают стенки центрифужной пробирки 5 см^3 раствора аммиака II (4.7) таким образом, чтобы не затронуть осадок оксалата кальция. Центрифугируют пробирку при ускорении 1400 *g* в течение 5 мин. Удаляют надосадочную жидкость из центрифужной пробирки с помощью отсасывающего устройства (5.7).

Дважды повторяют процедуру промывки.

8.2.3 Титрование

Добавляют 2 см^3 серной кислоты (4.8) и 5 см^3 воды к осадку оксалата кальция (см. 8.2.2).

Помещают пробирку на кипящую водяную баню (5.8) для полного растворения осадка оксалата кальция. Титруют растворенный оксалат кальция раствором перманганата калия (4.9) до тех пор, пока сохраняется розовая окраска. Обращают внимание на то, чтобы во время титрования температура раствора оставалась выше 60 °С.

Записывают объем, в кубических сантиметрах, израсходованного раствора перманганата калия с точностью до 0,01 см^3.

8.2.4 Контрольный опыт

Параллельно с определением проводят контрольный опыт, используя 20 см^3 воды вместо пробы для анализа.

Записывают объем израсходованного раствора перманганата калия, в кубических сантиметрах, с точностью до 0,01 см^3.

9 Расчет и выражение результатов

9.1 Расчет

Рассчитывают содержание кальция, w_{Ca}, выраженное в процентах массовой доли, по формуле

$$w_{Ca} = 0{,}0004(V - V_0) \cdot \frac{1000f}{m} = 0{,}4(V - V_0) \cdot \frac{f}{m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора перманганата калия, израсходованного при титровании пробы для анализа, см^3 (см. 8.2.3);

V_0 — объем раствора перманганата калия, израсходованного в контрольном опыте, см^3 (см. 8.2.4);

m — масса пробы для анализа, г;

f — поправочный коэффициент, приведенный в таблице 1, на объем осадка, полученного при осаждении трихлоруксусной кислотой.

Таблица 1 — Поправочный коэффициент, *f*, в зависимости от содержания жира в пробе

Содержание жира в пробе, % массовой доли	Поправочный коэффициент, *f*
3,5 — 4,5	0,972
3	0,976
2	0,980
1	0,985
< 0,1	0,989

9.2 Выражение результатов

Результат выражают с точностью до третьего десятичного знака.

10 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним аналитиком при использовании одной и той же аппаратуры в пределах короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать 0,002 %.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать по меньшей мере следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) используемый метод испытания вместе со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все подробности, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;

e) полученный(ые) результат(ы) испытания;

f) в случае проверки повторяемости — конечный полученный результат.

Библиография

[1] ISO 385 Laboratory glassware — Burettes (Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки)

[2] ISO 648 Laboratory glassware — Single-volume pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой)

[3] ISO 707|IDF 50 Milk and milk products — Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

[4] ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой)

УДК 637.07:006.354 МКС 67.100.10 IDT

Ключевые слова: молоко, молоко восстановленное из сгущенного молока с сахаром и без него, молоко сухое, кальций, титриметрический метод, белковые вещества, трихлоруксусная кислота, калия перманганат, центрифугирование, центрифужная пробирка

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 06.12.2019. 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 во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru