ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51463— 99

КАЗЕИНЫ СЫЧУЖНЫЕ И КАЗЕИНАТЫ

Метод определения массовой доли золы

(ISO 5545:1978, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

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 22 декабря 1999 г. № 618-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 5545—78 «Сычужные казеины и казеинаты. Определение золы (арбитражный метод)» (ISO 5545:1978 «Rennet caseins and caseinates — Determination of ash (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 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

© 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 СЫЧУЖНЫЕ И КАЗЕИНАТЫ

Метод определения массовой доли золы

Rennet caseins and caseinates. Method for determination of ASH content

Дата введения — 2002—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сычужные казеины и казеинаты (за исключением аммонийного) и устанавливает метод определения массовой доли золы сжиганием контрольной пробы при температуре (825 ± 25) °С.

Метод определения основан на минерализации навески продукта при температуре (825 ± 25) °С и вычислении массовой доли золы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, коронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие 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 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

ОСТ 16.0.801.397—87 Электропечи сопротивления лабораторные. Общие технические условия

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 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.

* Заменен на 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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

массовая доля золы в сычужных казеинах и казеинатах: Частное от деления массы остатка навески продукта после минерализации на массу навески продукта, умноженное на 100.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

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

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Печь электрическая с воздушной циркуляцией или печь муфельная лабораторная, обеспечивающая температурный режим (825 ± 25) °С.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 250 $см^3$.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Тигли кварцевые по ГОСТ 19908, типа ТКВП, диаметром 48 мм и высотой 53 мм или тигли фарфоровые по ГОСТ 9147, диаметром 45 мм и высотой 5 мм или диаметром 55 мм и высотой 70 мм.

Щипцы тигельные.

Измельчающее устройство, позволяющее измельчать пробу без нагрева, потери или поглощения влаги.

Сито из проволочной сетки диаметром 200 мм с ячейками номинальным размером стороны 500 мкм.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных.

5 Отбор проб

Отбор и подготовка проб — 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 казеината или казеина, закрывают колбу пробкой и перемешивают образец десятикратным переворачиванием и встряхиванием колбы.

6.1.2 Тщательно перемешанную пробу переносят и просеивают на лабораторном сите.

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, 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.

6.2 Подготовка тиглей

6.2.1 Два тигля прокаливают 60 мин в муфельной печи при температуре (825 ± 25) °С. Затем помещают их в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и измеряют массу тигля с отсчетом результата до 0,1 мг.

7 Проведение определения

7.1 В два тигля помещают навески массой (3,0 ± 0,2) г каждая, выделенные из подготовленной пробы, и взвешивают с отсчетом результата до 0,1 мг. Тигли с содержимым выдерживают на электрической плитке в вытяжном шкафу до полного обугливания пробы, не допуская воспламенения.

7.2 Помещают тигли в муфельную печь и выдерживают 60 мин при температуре (825 ± 25) °С до полного сгорания углерода и появления белого цвета золы, то есть озоления навески. Затем тигли помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. Остывшие тигли взвешивают с отсчетом результата до 0,1 мг.

7.3 Навеску вновь помещают в муфельную печь и повторяют озоление, охлаждают и взвешивают до тех пор, пока разность двух последовательных взвешиваний будет не более 1,0 мг или начнет увеличиваться. За окончательный результат определения берут среднеарифметическое значение двух последних взвешиваний.

Вычисления проводят до второго знака после запятой с последующим округлением результатов определения до первого знака после запятой.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю золы W_1, %, вычисляют по формуле

$$W_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_0 — масса навески, г;

m_1 — масса тигля с золой, г;

m_2 — масса пустого подготовленного тигля, г, по 6.2.1.

8.2 Массовую долю золы в пересчете на сухое вещество W_2, %, вычисляют по формуле

$$W_2 = W_1 \cdot \frac{100}{100 - W_в}, \quad (2)$$

где $W_в$ — массовая доля влаги в навеске, %. Определение массовой доли влаги — по ГОСТ Р 51464.

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 0,15 % массовой доли золы в интервале доверительной 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 0,25 % массовой доли золы в интервале доверительной вероятности $P = 0,95$.

УДК 637.2/.3/.147.2:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: определение, казеин, казеинаты, минерализация, массовая доля золы, сходимость, воспроизводимость

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

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