МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Продукты молочные для детского питания

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ

Издание официальное

БЗ 4—98/746

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ВНИМИ) и Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 186 «Молоко и молочные продукты»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (Протокол № 15—99 от 28 мая 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 23 сентября 1999 г. № 309-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30648.4—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 октября 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Продукты молочные для детского питания

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ

Infant milk products.
Titrimetric methods of acidity determination

Дата введения 2000—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочные продукты для детского питания и устанавливает два титриметрических метода определения кислотности: с применением индикатора фенолфталеина и потенциометрический.

Кислотность молочных продуктов детского питания выражают в градусах Тернера (далее — °Т). °Т — это объем, в кубических сантиметрах, раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, необходимый для нейтрализации свободных кислот, кислых солей и свободных кислотных групп, содержащихся в 100 см^3 жидких или восстановленных сухих продуктов или 100 г пастообразных продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4462—78 Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб к анализу

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

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Отбор и подготовка проб

Отбор проб и подготовка их к измерениям по ГОСТ 26809.

Издание официальное

4 Метод с применением индикатора фенолфталеина

Сущность метода заключается в нейтрализации свободных кислот, кислых солей и свободных кислотных групп раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 4-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Термометры жидкостные по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 исполнений 1-1000-2, 2-1000-2, 1-100-2, 2-100-2.

Колбы по ГОСТ 25336 Кн-2-250, Кн-2-100, П-2-250-50, П-2-250-34 ТС, П-2-100-34 ТС, П-2-50-34 ТС.

Бюретки по ГОСТ 29251, 1-1-2-25-0,1 или 1-2-2-25-0,1.

Пипетки по ГОСТ 29227 типа 2, исполнения 1 или 2, 2-го класса, вместимостью 10 и 25 $см^3$.

Цилиндры по ГОСТ 1770 1-100-1, 1-50-1, 1-50-2, 3-50-1, 3-50-2.

Капельница по ГОСТ 25336 2-50 ХС.

Стаканы по ГОСТ 25336 типа В-1-250 ТС, В-1-100 ТС, В-1-50 ТС, В-2-50 ТС.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Мешалка магнитная, обеспечивающая частоту вращения не менее 600 $мин^{-1}$.

Секундомер по НД.

Палочки стеклянные оплавленные.

Натрия гидроокись, стандарт-титр [1] или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. или ч.д.а.; водный раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$.

Фенолфталеин [2], спиртовой раствор массовой долей фенолфталеина 1 %.

Кобальт сернокислый 7-водный по ГОСТ 4462 х.ч. или ч.д.а.; водный раствор массовой долей 2,5 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299, или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

4.2 Подготовка к проведению измерений

4.2.1 *Восстановление сухого продукта детского питания*

Условия восстановления каждого вида сухого продукта (соотношение массы навески и объема дистиллированной воды определенной температуры) указаны в нормативном документе на продукт. Восстановление сухого продукта проводят непосредственно перед измерением, с использованием оплавленной палочки или магнитной мешалки в течение 5 мин.

4.2.2 *Приготовление раствора фенолфталеина*

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 1 г фенолфталеина, приливают 73 $см^3$ этилового спирта и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки колбы.

4.2.3 *Приготовление раствора сернокислого кобальта*

2,5 г 7-водного сернокислого кобальта помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают дистиллированную воду до метки. Срок хранения раствора — 6 мес.

4.2.4 *Приготовление контрольного образца окраски*

В коническую колбу вместимостью 100 или 250 $см^3$ отмеряют пипеткой 10 $см^3$ молока или другого жидкого молочного продукта (кроме кисломолочных), или подготовленного по 4.2.1 восстановленного сухого продукта, приливают 20 $см^3$ воды и 1 $см^3$ раствора сернокислого кобальта.

Срок хранения контрольных образцов окраски при комнатной температуре — не более 3 ч.

Для кисломолочных и пастообразных продуктов контрольный образец окраски не требуется.

4.3 Проведение измерений

4.3.1 *Измерение кислотности молока и жидких продуктов детского питания*

В колбу вместимостью 100 или 250 $см^3$ отмеряют пипеткой 10 $см^3$ молока или жидкого продукта и 20 $см^3$ дистиллированной воды, затем добавляют 3 капли фенолфталеина.

При анализе кисломолочных продуктов пипетку промывают 3—4 раза полученной смесью.

Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розового окрашивания раствора, не исчезающего в течение 1 мин. Для молока и жидких

продуктов окраска титруемого раствора должна соответствовать окраске контрольного образца, приготовленного по 4.2.4.

4.3.2 *Измерение кислотности пастообразных молочных продуктов детского питания*

В фарфоровую ступку помещают 5 г продукта с отсчетом показаний до 0,05 г. Тщательно перемешивают и растирают продукт пестиком. Затем небольшими порциями приливают 50 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры 35—40 °С, и 3 капли фенолфталеина. Смесь перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Контрольный образец окраски не требуется.

4.3.3 *Измерение кислотности сухих молочных продуктов детского питания*

В колбу вместимостью 100 или 250 см^3 помещают 10 см^3 восстановленного по 4.2.1 продукта температурой (20 ± 2) °С, добавляют 20 см^3 воды и 3 капли фенолфталеина. Далее измерение проводят в соответствии с 4.3.1 до получения окраски раствора, сравнимой с окраской контрольного образца по 4.2.3, не исчезающей в течение 1 мин.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Кислотность в °Т определяют по формуле

$$T = VK,$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию, см^3;

K — коэффициент, равный 10 для молока, жидких и восстановленных сухих молочных продуктов детского питания и 20 — для пастообразных молочных продуктов детского питания.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до целого числа.

4.4.2 Метрологические характеристики метода приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование продукции	Сходимость результатов измерений, °Т, не более	Абсолютная погрешность, при P=0,95, °Т	Воспроизводимость результатов измерений °Т, не более
Молоко, жидкие и сухие (восстановленные) молочные продукты	3,0	±2,0	4,0
Пастообразные молочные продукты	5,0	±4,0	8,0

5 Потенциометрический метод (контрольный метод)

Сущность метода заключается в нейтрализации свободных кислот, кислых солей и свободных кислотных групп раствором гидроокиси натрия до определенного значения pH, измеряемой с помощью автоматического титратора. Титрование осуществляют до pH 8,9 для молока, жидких и пастообразных продуктов и до pH 8,7 — для сухих продуктов и выработанных их сухого молока.

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор потенциометрический диапазоном измерения 4—10 pH и ценой деления шкалы не более 0,05 pH.

Блок автоматического титрования, аппаратурно совместимый с потенциометрическим титратором и имеющий дозатор раствора (бюретку) вместимостью не менее 5 см^3 ценой деления шкалы не более 0,05 см^3.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 4-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Термометры жидкостные по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С.

Секундомер по НД.

Мешалка магнитная, обеспечивающая частоту вращения не менее 600 мин$^{-1}$.

Стаканы по ГОСТ 25336, В-1-50 ТС, В-2-50 ТС, В-1-100 ТС, В-2-100 ТС.

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

Пипетки по ГОСТ 29227 номинальной вместимостью 10 и 20 см^3.

Цилиндры по ГОСТ 1770, 1-50-1, 1-50-2, 3-50-1, 3-50-2.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Натрия гидроокись, стандарт-титр по НД [1] или натрия гидроокись по ГОСТ 4328; водный раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

5.2 Подготовка к проведению измерений (подготовка приборов)

Подключают блок автоматического титрования к анализатору в соответствии с инструкцией, прилагаемой к блоку. Затем подключают блок и анализатор к сети и прогревают их в течение 10 мин.

Заполняют дозатор блока автоматического титрования раствором гидроокиси натрия.

В соответствии с инструкцией, прилагаемой к потенциометрическому анализатору, настраивают его на такой диапазон измерения pH, который включал бы в себя pH=8,7 (или 8,90).

Согласно инструкции, прилагаемой к блоку автоматического титрования, настраивают его на точку эквивалентности, равную 8,7 (или 8,9), и устанавливают на блоке значение активной кислотности pH = 4,0, начиная с которого подача гидроокиси натрия должна вестись по каплям.

Устанавливают время выдержки после окончания титрования, равное 30 с.

5.3 Проведение измерений

5.3.1 *Измерение кислотности молока и жидких молочных продуктов*

В стакан вместимостью 50 $см^3$ помещают 10 $см^3$ анализируемого продукта, затем приливают 20 $см^3$ дистиллированной воды. Смесь тщательно перемешивают.

При анализе кисломолочных продуктов пипетку промывают 3—4 раза полученной смесью.

В стакан опускают стержень магнитной мешалки и устанавливают его на магнитную мешалку. Включают двигатель мешалки, погружают электроды потенциометрического анализатора и сливную трубку дозатора блока автоматического титрования в стакан с продуктом. Включают кнопку «Пуск» блока автоматического титрования, а спустя 2—3 с — кнопку «Выдержка». При этом раствор гидроокиси натрия начинает поступать из дозатора блока в стакан с продуктом, нейтрализуя последний. По достижении точки эквивалентности (pH 8,7 или 8,9) и истечении времени выдержки (30 с) процесс нейтрализации автоматически прекращается, на панели блока автоматического титрования зажигается сигнал «Конец». После этого отключают все кнопки. Проводят отсчет количества раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию.

5.3.2 *Измерение кислотности пастообразных молочных продуктов*

В фарфоровой ступке взвешивают 5,00 г продукта с отчетом показаний до 0,05 г. Тщательно перемешивают и растирают продукт пестиком. Затем количественно переносят продукт в стакан вместимостью 100 $см^3$, смывая его со стенок ступки небольшими порциями воды, нагретой до 35—40 °С Общий объем воды составляет 50 $см^3$. Смесь перемешивают и проводят измерения в соответствии с 5.3.1.

5.3.3 *Измерение кислотности сухих молочных продуктов*

В стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ продукта, восстановленного в соответствии с 4.2.1 и охлажденного до (20±2) °С, добавляют 20 $см^3$ воды температурой (20±2) °С. Затем стакан устанавливают на прибор, включают магнитную мешалку, перемешивают продукт в течение 20—30 с и проводят измерения в соответствии с 5.3.1, титруя до pH=8,7.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Кислотность, °Т, определяют аналогично 4.4.1.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений. Результат округляют до целого числа.

5.4.2 Сходимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами двух параллельных измерений) не должна превышать, °Т:

1 — для молока, жидких и восстановленных продуктов, кроме кисломолочных;

2 — для кисломолочных продуктов жидких и восстановленных;

4 — для пастообразных продуктов.

5.4.3 Воспроизводимость результатов измерений (допустимое расхождение между результатами измерений, выполненных в разных лабораториях) не должна превышать, °Т:

2 — для молока, жидких и сухих (восстановленных) продуктов;

6 — для пастообразных продуктов.

5.4.4 Абсолютная погрешность измерений при вероятности P=0,95 должна быть, °Т:

±1 — для молока, жидких и сухих (восстановленных) продуктов;

±3 — для пастообразных продуктов.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6—09—2540—87 Стандарт-титры (фиксаналы, нормадозы)
[2] ТУ 6—09—5360—87 Фенолфталеин, индикатор

УДК 637.1.001.4:006.354 МКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: молочные продукты для детского питания, кислотность, титриметрические методы, индикатор фенолфталеин, потенциометрический анализатор, точка эквивалентности

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.09.99. Подписано в печать 20.10.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Тираж 000 экз. С3840. Зак. 876.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru