МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34457—
2018**

КРАХМАЛ

Методы определения кислотности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом крахмалопродуктов — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» (ВНИИК — филиал ФГБНУ «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2018 г. № 111-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 октября 2018 г. № 715-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34457—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 октября 2019 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Отбор и подготовка проб 2
5 Условия проведения измерений 3
6 Титриметрический метод с визуальной индикацией точки конца титрования 3
7 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией точки конца титрования (контрольный метод) 5
8 Проверка приемлемости результатов измерений 9
9 Оформление результатов измерений 9
10 Протокол испытаний 9
11 Требования безопасности 10

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

КРАХМАЛ

Методы определения кислотности

Starch. Methods for determination of acidity

Дата введения — 2019—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на крахмал и устанавливает титриметрические методы определения кислотности с визуальной и потенциометрической индикацией конечной точки титрования.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135—2004 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—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 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3582—84 Вазелин медицинский. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

Издание официальное

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7698—93 Крахмал. Правила приемки и методы анализа

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ 32902—2014 Крахмал и крахмалопродукты. Термины и определения

ГОСТ 33444—2015 Крахмал и крахмалопродукты. Методы отбора проб

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 термины по ГОСТ 32902, а также следующие термины с соответствующим определением:

3.1 **титрование:** Аналитический метод, предназначенный для количественного определения отдельного вещества (анализируемого компонента), растворенного в пробе. Метод основан на химической реакции между анализируемым компонентом и добавляемым к раствору реагентом (титрующим веществом), концентрация которого известна.

3.2 **титруемая кислотность, $см^3$:** Объем раствора гидроокиси натрия, необходимый для нейтрализации всех находящихся в крахмале кислот и кислых солей, окончание которой устанавливается по изменению окраски фенолфталеина.

3.3 **метод потенциометрического титрования:** Метод, основанный на нейтрализации всех находящихся в крахмале кислот и кислых солей раствором гидроокиси натрия, окончание которой устанавливается по изменению величины pH до заранее заданного значения.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 33444.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

5 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 15 °С до 25 °С:
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 75 %;
- напряжение в сети . . . . . от 198 до 242 В.

6 Титриметрический метод с визуальной индикацией точки конца титрования

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в нейтрализации всех кислот и кислых солей, содержащихся в 100 г сухого вещества крахмала, раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 в присутствии индикатора фенолфталеина до появления розовой окраски.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,006 г.

Термометры жидкостные стеклянные, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы конические Кн-2–250–34 по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(3)–100–2 по ГОСТ 1770.

Бюретки 1–1(2)–2–25(50)–0,1 или 1–1(2) –2–1(2;5)–0,01(0,02) по ГОСТ 29251.

Воронки лабораторные В-25(36)–38(50) ХС по ГОСТ 25336.

Ступка и пестик лабораторные фарфоровые по ГОСТ 9147.

Чашка выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н).

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 % по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Перекись водорода по ГОСТ 177.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, ч.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, ч.

Капельница по ГОСТ 25336.

Секундомер механический однострелочный с ценой деления шкалы 0,2 с, с предельно допускаемой погрешностью за 60 мин не более ±1,6 с по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Штатив лабораторный по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Баня водяная по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Палочки стеклянные оплавленные по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вазелин по ГОСТ 3582.

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

6.3 Подготовка к измерению

6.3.1 Приготовление растворов

6.3.1.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) — по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра по прилагаемой инструкции завода-изготовителя.

Примечание — Перед употреблением мерной посуды проверяют ее вместимость. Мерные колбы калибруют «на вливание», а бюретки — «на выливание» по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) — 6 мес в полимерной посуде или стеклянной склянке с тубусом, парафинированной внутри в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, при комнатной температуре.

6.3.1.2 Приготовление спиртового раствора с массовой долей фенолфталеина 1 % — по ГОСТ 4919.1.

Спиртовой раствор фенолфталеина хранится в темном прохладном месте один месяц.

6.3.1.3 Приготовление хромовой смеси

Хромовая смесь представляет собой 5 %-ный раствор дихромата калия в концентрированной серной кислоте (по массе). В фарфоровой ступке растирают до 10 г дихромата калия до состояния порошка, отвешивают 9,2 г в фарфоровую чашку, приливают 100 см^3 концентрированной серной кислоты и нагревают на водяной бане при перемешивании стеклянной палочкой до полного растворения дихромата калия.

Получившуюся оранжево-красную жидкость применяют для мытья химической посуды.

Хромовую смесь хранят в посуде из темного стекла под вытяжкой не более 6 мес.

6.3.1.4 30 %-ный раствор перекиси водорода хранят в темном прохладном месте в стеклянной посуде не более 6 мес.

6.3.2 Подготовка бюретки к работе

Перед применением бюретку тщательно моют, используя смесь концентрированной серной кислоты с пероксидом водорода или хромовую смесь. В бюретку наливают 5—10 см^3 концентрированной серной кислоты (H_2SO_4) и 1—2 см^3 30 %-ного пероксида водорода (H_2O_2) или хромовую смесь. Перемешав смесь взбалтыванием, смачивают ею стенки бюретки, наклоняя и поворачивая бюретку над раковиной. Смесь в бюретке разогревается и хорошо отмывает стенки. Обработав бюретку, смесь выливают, а бюретку моют дистиллированной водой.

Кран бюретки вынимают из обоймы и тщательно протирают фильтровальной бумагой от влаги и старой смазки. Обойму крана протирают свернутой в трубку фильтровальной бумагой. Кран равномерно смазывают тонким слоем вазелина или специальной смазки. Места вокруг отверстия оставляют несмазанными. Кран вставляют в обойму и, поворачивая его, «притирают», пока слой смазки не станет совершенно прозрачным.

Если во время работы замечено, что на стенках бюретки остаются капли раствора, то необходимо снова тщательно вымыть бюретку.

Для работы бюретку укрепляют в лапке штатива в строго вертикальном положении. Если после мытья бюретки нужно сразу же приступить к титрованию, бюретку дважды споласкивают небольшими порциями того раствора, которым будут титровать.

Наполняют бюретку раствором через небольшую чистую и сухую воронку, после наполнения бюретки воронку сразу же убирают; оставлять ее в бюретке не допускается. Бюретку всякий раз наполняют выше нуля. Нижний оттянутый конец бюретки должен быть заполнен раствором. Для удаления из него пузырьков воздуха после наполнения бюретки открывают кран и сливают сильной струей часть раствора. Если таким образом не удается удалить воздух из конца бюретки, ее конец опускают в стакан с раствором, открывают кран и засасывают немного раствора. При этом пузырек воздуха всплывает, кран закрывают и наполняют бюретку раствором, которым будут титровать. Бюретку устанавливают на нуль, после того как убедятся, что в ней не осталось пузырьков воздуха.

6.4 Проведение измерений

В коническую колбу взвешивают крахмал массой (20,00 ± 0,02) г, затем мерным цилиндром приливают 100 см^3 дистиллированной воды с температурой (20,0 ± 0,2) °С, освобожденной от двуокиси углерода по ГОСТ 4517 (подраздел 4.38), и стеклянной палочкой размешивают содержимое колбы, прибавляют с помощью капельницы пять—восемь капель спиртового раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) при непрерывном перемешивании до заметной розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Перед концом титрования добавляют еще пять—шесть капель фенолфталеина, так как крахмал адсорбирует фенолфталеин. Отмечают объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный при титровании.

Примечание — Для получения более точных результатов необходимо, чтобы объем затраченного на титрование раствора гидроокиси натрия не превышал вместимости бюретки и вместе с тем не был слишком мал (не менее 0,2 см^3).

Объем раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование, записывают с точностью до первого десятичного знака.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

6.5 Обработка результатов

6.5.1 Кислотность крахмала X_1, см^3, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{K \cdot V \cdot 100 \cdot 100}{m_н \cdot (100 - W)}, \quad (1)$$

где K — коэффициент поправки на точную молярную концентрацию c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, определяют по ГОСТ 25794.1;

V — объем 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) раствора гидроокиси натрия, затраченный на титрование, см^3;

100 — коэффициент пересчета на 100 г сухого вещества крахмала, г;

100 — коэффициент пересчета на сухое вещество крахмала, %;

$m_н$ — масса навески крахмала, г;

W — массовая доля влаги в крахмале, %; определяют по ГОСТ 7698;

(100 – W) — массовая доля сухих веществ в крахмале, %.

Примечание — Коэффициент поправки (титр раствора) следует устанавливать при той же температуре, при какой будет проводиться измерение. Различие в 10 °С вызывает при титровании погрешность, равную 0,1 см^3 на каждые 10 см^3 раствора.

За окончательный результат определения кислотности крахмала принимают среднеарифметическое значение двух определений, выполненных в условиях повторяемости, округленное до первого десятичного знака, если соблюдается условие приемлемости по 8.1.

6.5.2 Контроль точности результатов измерений

Диапазон измерения, показатель точности и прецизионности титриметрического метода с визуальной индикацией точки конца титрования определения кислотности, см^3, при P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерения титруемой кислотности, см^3	Показатели точности		
		Предел повторяемости r, см^3	Предел воспроизводимости R, см^3	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, см^3
Титруемая кислотность	От 2,0 до 5,9 включ. От 6,0 до 25,0 включ.	0,5 0,8	1,7 2,2	1,2 1,6

7 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией точки конца титрования (контрольный метод)

7.1 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации всех находящихся в крахмале кислот и кислых солей раствором гидроокиси натрия, окончание которой устанавливается по изменению величины pH до 8,3 ед. pH.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,0006 г, ±0,006 г и ±0,03 г.

Автоматический титратор: с диапазоном измерения pH от 0 до 20 ед. pH и пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,004 ед. pH по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

pH-метры или иономеры, без или с оснащением микропроцессорной техникой, обеспечивающей автоматическую диагностику технического состояния и автоматическую градуировку, имеющие следующие технические и метрологические характеристики: диапазон измерений от 0 до 14 ед. pH, ручную и/или автоматическую термокомпенсацию, пределы допускаемого значения основной абсолютной погрешности преобразователя не более ±0,05 ед. pH по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Чувствительные элементы:

- электродная пара, включающая измерительный стеклянный pH-электрод и вспомогательный электрод сравнения с диапазоном температур анализируемой пробы от 0 °С до 60 °С;

- комбинированный pH-электрод, имеющий форму мембраны в виде конуса, в котором электрод сравнения заполнен раствором хлористого калия молярной концентрации 3 моль/дм^3 или в виде геля (гель-электролит) с диапазоном температур анализируемой пробы от 0 °С до 60 °С.

Стандарт-титры по ГОСТ 8.135 для приготовления рабочих эталонов с номинальными значениями 4,01 ед. pH, 6,86 ед. pH и 9,18 ед. pH при температуре 25 °С.

Посуда стеклянная или пластмассовая (полиэтиленовая) с плотно закрывающейся пробкой для хранения рабочих эталонов pH.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., плотность 1,17 (1,19) г/см^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., водный раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) или стандарт-титр.

Термометры жидкостные стеклянные, диапазон измерения от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С и диапазон измерения от 100 °С до 200 °С, цена деления шкалы 2 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные 1–500–2, 1–1000–2 по ГОСТ 1770.

Стаканы Н-1(2)–50, Н-1(2)–150 по ГОСТ 25336.

Воронка лабораторная В-25(36)–50(80), В-75(100)–80(150)ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(3)–100–2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2(3)–1(2)–2–10 или 2(3)–1а(2а)–2–10 по ГОСТ 29227.

Бюретки 1–1(2)–2–25(50)–0,1, 1–1(2)–2–1(2)–0,01 или 1–1(2)–5–0,02 по ГОСТ 29251.

Магнитная мешалка и магнитные смесители, подходящие для титрования по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 20 °С до 200 °С с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±2 °С по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные оплавленные по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Секундомер механический однострелочный с ценой деления шкалы 0,2 с, с предельно допускаемой погрешностью за 60 мин не более ±1,6 с по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

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

7.3 Подготовка к проведению измерений

7.3.1 Приготовление раствора хлористого калия

7.3.1.1 Приготовление насыщенного раствора хлористого калия

(128,0 ± 0,1) г хлористого калия помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и приливают до метки свежеприготовленную дистиллированную воду температурой (55 ± 5) °С. Раствор тщательно перемешивают до полного растворения реактива, фильтруют и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

7.3.1.2 Приготовление раствора хлористого калия молярной концентрацией 3 моль/дм^3

(111,8270 ± 0,0002) г хлористого калия, прокаленного в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С до получения разницы между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,005 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки при температуре (20 ± 1) °С, тщательно перемешивают.

7.3.1.3 Растворы хранят в плотно закрытой посуде при температуре от 15 °С до 25 °С не более 6 мес.

7.3.2 Приготовление буферных растворов — рабочих эталонов pH 3-го разряда из стандарт-титров

7.3.2.1 Буферные растворы приготавливают из реактивов по квалификации «для pH-метрии», которые выпускаются в виде стандарт-титров.

Буферные растворы, используемые в качестве рабочих эталонов pH, готовят в соответствии с ГОСТ 8.135 (приложение В) или инструкцией изготовителя.

7.3.2.2 Рабочие эталоны с номинальным значением 4,01 ед. pH, 6,86 ед. pH и 9,18 ед. pH при температуре 25 °С готовят растворением содержимого стандарт-титра в дистиллированной воде.

7.3.2.3 Для приготовления буферных растворов применяют дистиллированную воду, предварительно прокипяченную в течение 30—40 мин для удаления растворенной углекислоты.

7.3.2.4 Рабочие эталоны pH хранят в плотно закрытой стеклянной или пластмассовой (полиэтиленовой) посуде в затемненном месте при температуре не выше 25 °С.

Срок хранения рабочих эталонов — 1 мес с момента приготовления.

7.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3, примерно наполовину заполненную дистиллированной водой, вносят 8,5 (9,0) см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,17 (1,19) г/см^3, отмеренные пипеткой. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 из стандарт-титра готовят согласно инструкции по его приготовлению.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.3.4 Подготовка прибора

7.3.4.1 Подготовку автоматического титратора, pH-метра или иономера (далее — прибор), чувствительных элементов и их эксплуатацию следует проводить согласно инструкциям по эксплуатации.

7.3.4.2 Проверка и градуировка прибора по рабочим эталонам pH

Перед началом измерения предварительно проверяют точность измерения прибора по какому-либо буферному раствору с известным значением pH. Стрелка шкалы прибора должна показать значение pH применяемого буферного раствора.

Примечание — При проверке точности pH-метра рекомендуется применять буферный раствор с pH, близким к pH исследуемого раствора.

Градуировку прибора проводят по буферным растворам — рабочим эталонам 3-го разряда с номинальными значениями 4,01 ед. pH, 6,86 ед. pH и 9,18 ед. pH при температуре 20 °С.

Сосуд проточного вспомогательного электрода сравнения должен периодически пополняться электролитом — раствором хлористого калия. Уровень электролита должен быть выше уровня исследуемого раствора.

Перед проведением измерений следует открыть отверстие, расположенное на поверхности проточного вспомогательного электрода сравнения, закрытое пробкой или съемным кольцом.

Примечание — После завершения цикла измерений отверстие проточного вспомогательного электрода сравнения следует закрыть.

Перед проверкой и градуировкой прибора электродную пару или комбинированный pH-электрод тщательно промывают дистиллированной водой. Комбинированный pH-электрод, хранящийся в колпачке с гелем-электролитом, вначале промывают дистиллированной водой, затем слабым мыльным раствором температурой от 30 °С до 40 °С и снова дистиллированной водой. Остатки воды с электродов удаляют фильтровальной бумагой.

В стеклянный стакан вместимостью 50 см^3 наливают (40 ± 5) см^3 буферного раствора температурой 20 °С, после чего погружают в него электродную пару или комбинированный pH-электрод, которые не должны касаться стенок и дна стакана. Глубина погружения электродной пары в стакан с буферным раствором (анализируемой пробой) должна быть не менее 30 мм, комбинированного электрода — не менее 16 мм.

Измерения в буферных растворах с номинальными значениями 4,01 ед. pH, 6,86 ед. pH и 9,18 ед. pH при температуре 20 °С повторяют три раза, каждый раз вынимая электроды из буферного раствора и вновь погружая их в буферный раствор при измерении.

Если хотя бы для одного из буферных растворов — рабочих эталонов 3-го разряда отклонение среднего значения результата измерения от номинального значения pH будет превышать ±0,03 ед. pH, то прибор настраивают согласно инструкции.

Примечание — Прежде чем проводить корректировку показаний прибора, следует убедиться в том, что погрешность измерения вызвана изменением настройки прибора, а не изменением pH буферных растворов — рабочих эталонов 3-го разряда. Изменение настройки прибора может быть обнаружено проверкой по свежеприготовленному буферному раствору.

В первые несколько дней эксплуатации прибора или нового стеклянного электрода, пока показания прибора не будут стабильными, проверку прибора по буферным растворам следует проводить каждый день, так как характеристики стеклянного электрода могут изменяться.

При последующей работе прибора проверку по буферным растворам проводят один раз в три дня.

Электродная пара перед измерением и в перерывах между измерениями должна находиться в стакане с раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, перед погружением в рабочие эталоны электроды промывают дистиллированной водой, остатки которой должны быть удалены фильтровальной бумагой.

Комбинированный pH-электрод между измерениями следует помещать в раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 или раствор хлористого калия молярной концентрации 3 моль/дм^3, или гель-электролит. Перед измерением комбинированный pH-электрод, хранившийся в колпачке с гелем-электролитом, промывают дистиллированной водой, затем слабым мыльным раствором температурой от 30 °С до 40 °С и снова дистиллированной водой. Остатки воды с электродов удаляют фильтровальной бумагой.

Комбинированный pH-электрод, хранившийся в растворе соляной кислоты или хлористого калия, промывают дистиллированной водой, остатки которой удаляют фильтровальной бумагой.

7.4 Проведение измерений

В стакан вместимостью 150 см^3 взвешивают крахмал массой (20,00 ± 0,02) г, затем мерным цилиндром приливают 100 см^3 дистиллированной воды с температурой (20 ± 1) °С, освобожденной от двуокиси углерода по ГОСТ 4517 (подраздел 4.38), и стеклянной палочкой размешивают содержимое стакана. Стакан с содержимым устанавливают на магнитную мешалку, затем погружают в него электродную пару или комбинированный pH-электрод и титруют из бюретки, установленной на штативе магнитной мешалки, раствором гидроокиси натрия при постоянном перемешивании до 8,30 ед. pH. Отмечают объем щелочи, израсходованной на титрование.

Примечание — Скорость титрования должна быть подобрана так, чтобы значение показателя 8,30 ед. pH было получено ровно через 2 мин.

Объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование, записывают с точностью до первого десятичного знака.

В промежутках между измерениями электроды прибора погружают в стакан с дистиллированной водой.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

7.5 Обработка результатов измерений

7.5.1 Титрование крахмальной суспензии проводят до показания прибора 8,30 ед. pH, при этом измеряемой величиной является объем щелочи, израсходованный на титрование. С учетом этого объема и массы анализируемой пробы по 7.4 в дальнейшем проводят расчет кислотности по 6.5.1.

За окончательный результат определения кислотности крахмала принимают среднеарифметическое значение двух определений, выполненных в условиях повторяемости, округленное до первого десятичного знака, если соблюдается условие приемлемости по 8.1.

7.5.2 Контроль точности результатов измерений

Диапазон измерения, показатель точности и прецизионности титриметрического метода с потенциометрической индикацией точки конца титрования определения кислотности, см^3, при P = 0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерения титруемой кислотности, $см^3$	Показатели точности		
		Предел повторяемости r, $см^3$	Предел воспроизводимости R, $см^3$	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, $см^3$
Титруемая кислотность	От 2,0 до 5,9 включ. От 6,0 до 25,0 включ.	0,9 0,7	2,2 1,9	1,6 1,4

8 Проверка приемлемости результатов измерений

8.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений кислотности в крахмале, полученных в условиях повторяемости (два параллельных измерения, $n = 2$), проводят с учетом требований нормативных документов, действующих на территории государств, принявших стандарт.

Результаты измерений, выполненных в условиях повторяемости, считаются приемлемыми, если выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — значения двух параллельных определений кислотности в крахмале, полученные в условиях повторяемости, $см^3$;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблицах 1 и 2, $см^3$.

8.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений кислотности в крахмале, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $n = 2$), проводят с учетом требований нормативных документов, действующих на территории государств, принявших стандарт.

Результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми, если выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le R, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — значения двух измерений кислотности в крахмале, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, $см^3$;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблицах 1 и 2, $см^3$.

9 Оформление результатов измерений

Результат определения кислотности в крахмале представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta)\ см^3 \ \text{при} \ P = 0{,}95, \quad (4)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, $см^3$;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, $см^3$ (таблицы 1 и 2).

10 Протокол испытаний

Результаты испытаний оформляют протоколом в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

11 Требования безопасности

11.1 При проведении измерений необходимо соблюдать требования электробезопасности при работе с приборами по ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.2.007.0.

11.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

11.3 Помещение, в котором проводят работы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

11.4 При подготовке и проведении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.4.103.

11.5 К проведению анализов допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже среднего технического образования, владеющие навыками проведения анализов и изучившие инструкции по эксплуатации используемых приборов средств измерения и аппаратуры, а также прошедшие инструктаж по охране труда.

УДК 664.2:006.354 МКС 67.180.20

Ключевые слова: крахмал, титриметрические методы определения кислотности с визуальной и потенциометрической индикацией конечной точки титрования, отбор проб, сущность метода, проведение измерений, обработка результатов, протокол испытания, требования безопасности

БЗ 10—2018/29

Редактор *Ю.С. Токмакова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 08.10.2018. Подписано в печать 19.10.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
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

gost.e-ecolog.ru