ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ҚҰРҒАҚ СҮТ
Титрленетін қышқылдықты анықтау (Бақылау әдісі)

МОЛОКО СУХОЕ
Определение титруемой кислотности (Контрольный метод)

ҚР СТ ISO 6091-2013

ISO 6091:2010|IDF 86:2010 Dried milk – Determination of titratable acidity (Reference method) (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ҚҰРҒАҚ СҮТ

Титрленетін қышқылдықты анықтау (Бақылау әдісі)

ҚР СТ ISO 6091-2013

ISO 6091:2010|IDF 86:2010 Dried milk – Determination of titratable acidity (Reference method) (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны мен стандарттау жөніндегі 44 «Технолог» техникалық комитеті **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы 13 қарашадағы № 526-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO6091:2010|IDF 86:2010Driedmilk–Determinationoftitratableacidity (Referencemethod) (Құрғақ сүт. Титрленетін қышқылдықты анықтау (Бақылау әдісі)) халықаралық стандартына қатынасы бойынша бірдей.

ISO 6091:2010|IDF 86:2010 Driedmilk – Determinationoftitratableacidity (Referencemethod) халықаралық стандартын ISO/ТК 34, Тамақ өнімдері техникалық комитеті, ІК 5, Сүт және сүт өнімдер ішкі комитеті мен Халықаралық сүт өнімдері федерациясы (IDF) әзірледі.

Аударма ағылшын тілінен (en)

Сәйкестік дәрежесі – бірдей (IDT)

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2019 жыл

ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткіштерінде жыл сайын, сондай-ақ мәтін өзгерістер мен түзетулер ай сайын басылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі. Осы стандартты қайта қарау (өзгертілу) жою жағдайында, тиісті хабарлар ай сайын басылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі».

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай және бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ҚҰРҒАҚ СҮТ

Титрленетін қышқылдықты анықтау (Бақылау әдісі)

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт құрғақ сүттің барлық түріндегі титрленетін қышқылдықты анықтаудың бақылау әдісін белгілейді.

2 Нормативті сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін келесі нормативті сілтеме құжаттары қажет:

ISO 1736:2008|IDF 9 Dried milk and ried products. Determination off at content. Gravimetric method (Reference method) (Құрғақ сүт және құрғақ сүт өнімдері. Май құрамын анықтау. Гравиметрия әдісі (Бақылау әдісі)).

ISO 5537:2004|IDF 26 Dried milk. Determination of moisture content (Reference method) (Құрғақ сүт. Ылғал құрамын анықтау (Бақылау әдісі)).

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдалану кезінде жыл сайын шығарылатын ағымдағы жылдағы жағдайға «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» және ағымдағы жылы жарияланған, ай сайын шығарылатын ақпараттық көрсеткіштерге сәйкес келетін ақпараттық көрсеткіш бойынша сілтемелік стандарттардың қолданысын тексерген дұрыс болады. Егер сілтеме құжаты ауыстырылған (өзгертілген) болса, онда осы стандартты пайдалану кезінде ауыстырылған (өзгертілген) құжатты басшылыққа алу керек. Егер сілтеме құжаты ауыстырусыз күшін жойған болса, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемеге әсер етпейтін бөлікте

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта сәйкес анықтамалармен келесі терминдер қолданылады:

3.1**Құрғақ сүттегі титрленген қышқылдық** (titratablea cidity of dried milk): 10 майсыз құрғақ заттарды pH 8,40 дейін сәйкес келетін қажетті қалпына келтірілген сүтті титрлеу үшін 0,1 моль/л натрий гидро тотығы концентрациясы ерітіндісінің көлемі.

ЕСКЕРТУ Титрленетін қышқылдық миллилитрмен көрсетіледі.

4 Әдіс мазмұны

5 г майсыз құрғақ заттар дәл сәйкес келетіндей құрғақ сүт талданатын сынамаға су қосу жолы арқылы сүтті қалпына келтіреді. pH 8,40 дейін 0,1 моль/л натрий гидро тотығы концентрациясы ерітіндісімен қалпына келтірілген сүтті титрлейді. Титрлеу кезінде шығындалған миллилитр санын 10 г майсыз құрғақ заттарға қайта есептегенде алынатын миллилитр санын алу үшін 2 ге көбейтеді.

Гидро тотығы натрий ерітіндісінің талап етілген мөлшері өнімге қатысатын табиғи буферлі заттардың санына және бөлінген немесе қосылған қышқыл немесе сілті заттарға байланысты.

5 Реактивтер

Егер басқаша келісім болмаса, дистилденген немесе минералсызданған суды немесе баламалы тазалық суын диоксид көмірсутегінен қолданар алдында 10 минут қайнау жолымен босатылған және «талдау үшін таза» квалификациясының реактивтерін ғана қолдану қажет.

5.1Құрамында карбонат жоқ c(NaOH) = 0,1000 моль/л±± 0,0002 моль/л гидро тотығы натрий, титрленген ерітінді.

Осы ерітіндіні абсорбция диоксид көмірсутегінен қорғайды.

5.2 Азот

6 Аппаратура

Осы әдісті қолданғанда келесі зертханалық құралдарды пайдаланады.

6.1 Арнайы 1 класты аналитикалық таразылар.

6.2 Шыны өлшеу электроды және салыстыруға келетін электроды бар өлшеу дәлдігі 0,01 бірлігіне дейін болатын pH, шама мәндері pH 7 және pH 9 сәйкес келетін калибрленген екі буферлі ерітіндінің көмегімен ± 0,01 pH бірлікте белгілі дәлдіктегі иілгіш реттеу күшейткіші бар pH-метр.

6.3 Магнитті бұлауыш.

6.4 ISO 385[1] бойынша градуирленген, бөлу бағасы 0,1 мл және дәлдік өлшемі 0,05 болатын, А класты сұйықтықты өлшейтін әйнек түтік.

6.5 ISO 4788[3] А класты, сыйымдылығы 50 мл болатын өлшеу цилиндрі.

6.6 Сыйымдылығы 100 мл немесе 150 мл болатын жонып тегістелген мойны бар және берік кептелген тығыны бар конус формалы құты. Құты мойны сұйықтықты өлшейтін әйнек түтік шүмегі мен азот өткізгіш және екі электрод орналасатындай барынша кең болуы тиіс.

ЕСКЕРТПЕ Сәйкес немесе жоғары метрологиялық сипаттамалары бар аппаратураны, өлшеу ыдысын, реактивтерді қолдануға рұқсат етіледі. Қолданылатын өлшеу құралдарын бекіту түріне немесе метрологиялы аттестация мақсатында қолдануға жатады, заңнамаға сәйкес өлшем бірлігімен қамтамасыз ету аумағында өлшеу құралдарын салыстырып тексеру және Қазақстан Республикасы Тізіліміне енгізілу жатады.

7 Сынаманы іріктеу

Сынаманы іріктеу осы стандартта бекітілген әдіске енгізілмеген. Ұсынылатын сынаманы іріктеу әдісі ISO 707|IDF 50[2] жүргізіледі.

Зертханаға тасымалдау немесе сақтау кезінде бүлінбеген немесе өзгермеген нақты ұсынылатын сынаманы жеткізу өте маңызды.

8 Дайындық кезіндегі сынама ережесі

Сынаманы сыйымдылығы сынама көлеміне екі есе үлкен болатын таза құрғақ контейнерге ауыстырады (ауа өткізбейтін қақпақпен жабдықталған).

Контейнерді жабады және бірнеше рет сілку және аударып-төңкеру жолымен контейнердің ішіндегісін араластырады. Осы операциялар кезінде су абсорбциясын азайту үшін сынамаға атмосфералық әсер етуінен қорғау керек.

9 Әдістеме

9.1 Сыналатын сынама

Сынақ үшін сыналатын сынаманы құтыда (500/*w*) ± 0,01 г өлшейді (8 бөлімді қараңыз), мұнда (6.6 қараңыз) *w*- пайызда массалық үлес түрінде көрсетілген сынамадағы майсыз құрғақ заттар құрамы.

Сынамада , ISO 1736|IDF 9 сәйкес анықталған және ISO 5537|IDF 26 сәйкес анықталған ылғал құрамын құрғақ майсыз заттар құрамын 100 % май құрамынан алып тастау жолымен есептеу.

9.2 Анықтама

9.2.1 Сыналатын сынамаға 20 °С температурасында 50 мл су құйып араластыру арқылы сүтті қалпына келтіреді. (9.1 қараңыз). 20 минутқа қалдырады.

9.2.2 Бюреткадан (6.4 қараңыз) гидро тотығы натрий ерітіндісін (5.1 қараңыз) рН-метр (6.2 қараңыз) 5 секунд ішінде рН 8,40 көрсеткішін бермейінше қоса отырып құтының ішіндегісін титрлейді.

Титрлеу кезінде ерітіндіні магнит бұлауыш көмегімен (6.3 қараңыз) араластырады және көміртек диоксидының абсорбциясын ауадан азотты (5.2 қараңыз) құтымен үрлеу жолымен жасалады. Титрлеуді 1 минуттың ішінде аяқтау тиіс.

Дәлдігі 0,05 мл дейін болатын шығындалған гидро тотығы натрий ерітіндісінің көлемін миллилитр бойынша жазып алады.

10 Есеп

Титрленген қышқылдықты анықтау, V_{ta}, формула бойынша (1):

$$V_{ta} = 2V, (1)$$

V – мұнда көлем, титрлеу кезінде шығындалған (9.2.2 қараңыз) гидро тотығы натрий ерітіндісі (5.1 қараңыз).

Бірінші ондық белгіге дейін нәтижесін шығару.

11 Қайталанғыштық (ұқсастық)

Бірдей орындалған немесе бір талдаушымен тез арадағы бірізділікпен екі анықтама нәтижелері арасындағы айырмашылық 10 г майсыз құрғақ заттарға 0,4 мл гидро тотығы натрий концентрациясынан аспауы тиіс.

12 Сынақ хаттамасы

Сынақ хаттамасында аз дегенде келесі ақпараттар болуы тиіс:

a) толық сынама идентификациясына арналған барлық ақпарат;

b) сынаманы іріктеуге қолданатын әдіс;

c) осы стандартқа сілтемелермен қолданылатын сынау әдісіт;

d) осы стандартта көрсетілмеген барлық егжей-тегжейлер немесе міндетті емес деп қаралатын сынақ нәтижесіне әсер ететін барлық жанама күйлер алынады.

e) Сынақтан алынған нәтижелер;
f) қайталанғышты тексерген жағдайда ақырғы алынған нәтиже алынады.

Библиография

[1] ISO 385 Laboratoryglassware.Burettes.(Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки)

[2] ISO 707|IDF 50 Milk and milk products. Guidan ceons am pling. (Сүт және сүт өнімдері. Сынаманы іріктеу жөніндегі құрал.)

[3] ISO 4788Laboratoryglassware. Graduated measuringcy linders. (Зертханалық шыны ыдыс. Градуирлеп өлшеу цилиндрі).

ӘОЖ 637.044 **МСЖ 67.100.10**

Түйін сөздер: сүт, титрленген қышқылдық, натрий гидро тотығы ерітіндісі, су абсорбциясы, өлшеу цилиндрі, сынама, бюретка.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО СУХОЕ

Определение титруемой кислотности (Контрольный метод)

СТ РК ISO 6091-2013

ISO 6091:2010|IDF 86:2010 Dried milk – Determination of titratable acidity (Reference method) (IDT)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации ТК 44 «Технолог».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 13 ноября 2013 года № 526-од.

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту *ISO 6091:2010|IDF 86:2010 Dried milk – Determination of titratable acidity (Reference method)* (Молоко сухое. Определение титруемой кислотности (контрольный метод)).

Международный стандарт *ISO 6091:2010|IDF 86:2010 Dried milk – Determination of titratable acidity (Reference method)* разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия - идентичная (IDT)

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2019 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», а текст изменений - в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО СУХОЕ

Определение титруемой кислотности (Контрольный метод)

Дата введения 2014-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения титруемой кислотности во всех видах сухого молока.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы, следующие ссылочные документы:

ISO 1736:2008|IDF 9 Dried milk and dried products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method) (Молоко сухое и сухие молочные продукты. Определение содержания жира. Гравиметрический метод (Контрольный метод)).

ISO 5537:2004|IDF 26 Dried milk. Determination of moisture content (Reference method) (Молоко сухое. Определение содержания влаги (Контрольный метод)).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. 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 применяется следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **Титруемая кислотность сухого молока** (titratable acidity of dried milk): Объем раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/л, требуемый для титрования необходимого количества восстановленного молока, соответствующего 10 го безжиренных сухих веществ, до pH 8,40.

ПРИМЕЧАНИЕ Титруемая кислотность выражается в миллилитрах.

4 Сущность метода

Восстановить молоко путем добавления воды к анализируемой пробе сухого молока, точно соответствующей 5 г обезжиренных сухих веществ. Титровать восстановленное молоко раствором гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/л до pH 8,40. Количество миллилитров, израсходованных при титровании, умножить на 2 для получения количества миллилитров в пересчете на 10 г обезжиренных сухих веществ.

Издание официальное

Требуемое количество раствора гидроксида натрия зависит от количества натуральных буферных веществ, присутствующих в продукте, и выделенных или добавленных кислых или щелочных веществ.

5 Реактивы

Использовать только реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты, освобожденную от диоксида углерода путем кипячения в течение 10 минут перед использованием, если не обусловлено иное.

5.1 Гидроксид натрия, титрованный раствор, *c* (NaOH) = 0,1000 моль/л ± 0,0002 моль/л, не содержащий карбонатов.

Защищают этот раствор от абсорбции диоксида углерода.

5.2 Азот

6 Аппаратура

При применении настоящего метода используют следующее лабораторное оборудование.

6.1 Аналитические весы специального класса I

6.2 pH-метр, с гибкой регулировкой усиления, с точностью измерения до 0,01 единиц pH, со стеклянным измерительным электродом и подходящим электродом сравнения, откалиброванный с помощью двух буферных растворов с примерными значениями pH 7 и pH 9 соответственно, известных с точностью до ± 0,01 единиц pH.

6.3 Магнитная мешалка.

6.4 Бюретка, градуированная, с ценой деления 0,1 мл и точностью измерения до 0,05 мл по ISO 385[1] класса A.

6.5 Мерный цилиндр, вместимостью 50 мл, ISO 4788[3] класс A.

6.6 Коническая колба, вместимостью 100 мл или 150 мл, с пришлифованным горлом и стеклянной притертой пробкой. Горло колбы должно быть достаточно широким для размещения двух электродов, носика бюретки и азотопровода.

ПРИМЕЧАНИЕ *Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, реактивы, имеющие аналогичные метрологические характеристики или выше. Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа или метрологической аттестации, поверки средств измерений и внесению в Реестр Республики Казахстан в соответствии с законодательством в области обеспечения единства измерений.*

7 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707|IDF 50[2].

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

8 Порядок пробоподготовки

Перенести пробу в чистый сухой контейнер (снабженный воздухонепроницаемой крышкой), вместимость которого примерно в два раза превышает объем пробы.

Закрыть контейнер и тщательно перемешать содержимое путем многократного встряхивания и переворачивания контейнера. Во время этих операций следует избегать атмосферного воздействия на пробу, чтобы минимизировать абсорбцию воды.

9 Методика

9.1 Испытуемая проба

Взвесить (500/*w*) ± 0,01 г испытуемой пробы для испытания (см. Раздел 8) в конической колбе (см. 6.6), где *w* – содержание обезжиренных сухих веществ в пробе, выраженное в виде массовой доли в процентах.

Рассчитать содержание обезжиренных сухих веществ в пробе путем вычитания из 100 % содержания жира, определенного в соответствии с ISO 1736|IDF 9, и содержания влаги, определенного в соответствии с ISO 5537|IDF 26.

9.2 Определение

9.2.1 Восстановить молоко путем добавления 50 мл воды с температурой 20 °С к испытуемой пробе (см. 9.1) и энергичного перемешивания. Оставить на20 мин.

9.2.2 Титровать содержимое конической колбы, добавляя раствор гидроксида натрия (см. 5.1) из бюретки (см. 6.4) до тех пор, пока измерение с помощью pH-метра (см. 6.2) не будет давать показания pH 8,40 в течение 5 секунд.

Во время титрования следует перемешивать раствор с помощью магнитной мешалки (см. 6.3) и исключить абсорбцию диоксида углерода из воздуха путем продувки конической колбы азотом (см. 5.2). Титрование следует завершить в течение 1 минуты.

Записать объем, в миллилитрах, израсходованного раствора гидроксида натрия с точностью до 0,05 мл.

10 Расчет

Определить титруемую кислотность, V_{ta}, по формуле (1):

$$V_{ta} = 2V, \quad (1)$$

где V – объем, в миллилитрах, раствора гидроксида натрия (см. 5.1), израсходованного при титровании (см. 9.2.2).

Выразить результат с точностью до первого десятичного знака.

11 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одновременно или в быстрой последовательности одним и тем же аналитиком, не должно превышать 0,4 мл раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/л, на 10 г обезжиренных сухих веществ.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать по меньшей мере следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб;

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

[3] ISO 4788 Laboratory glassware. Graduated measuring cylinders. (Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры).

УДК 637.044 **МКС 67.100.10**

Ключевые слова: молоко, титруемая кислотность, раствор гидроксида натрия, абсорбция воды, мерный цилиндр, проба, бюретка.

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru