ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

САРЫ МАЙ
Құрамында ас тұзының болуын анықтау

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ
Определение содержания поваренной соли

ҚР СТ 2086-2011

(ИСО 1738:2004, ИСО 15648:2004, NEQ)

Ресми басылым

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

САРЫ МАЙ
Құрамында ас тұзының болуын анықтау

ҚР СТ 2086-2011

(ИСО 1738:2004, ИСО 15648:2004, NEQ)

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 және «Қоршаған орта нысандары. Өнеркәсіптік қалдықтар» экологиялық қауіпсіздік саласындағы №71 стандарттау жөніндегі ТК **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2011 жылғы 12 тамыздағы № 411-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандартта ISO 1738:2004 Butter – Determination of salt content (Қаймақ майы. Құрамындағы тұзды анықтау), ISO 15648:2004 Butter – Determination of salt content – Potentiometric method (Сары май. Құрамындағы тұзды анықтау. Потенциометриялық әдіс) халықаралық стандартының талаптары ескерілген.

Халықаралық стандарттар стандарттау жөніндегі ISO/TC 34 техникалық комитетімен, тамақ өнімдері, SC 5 қосалқы комитетімен, Сүт және сүт өнімдері және Халықаралық сүт федерациясы (IDF) Халықаралық AOAC ұйымымен бірлесіп әзірленген.

Мемлекеттік стандарттардың сілтеме жасалған халықаралық стандарттарға сәйкестігі туралы мәліметтер Д.А қосымшасында берілген.

Ағылшын тілінен аударылған (en).

Осы мемлекеттік стандартты әзірлеуге негіз болған Ресей Федерациясының Ұлттық стандартының ресми басылымы техникалық регламенттер мен стандарттардың мемлекеттік қорында сақталған.

Сәйкестік дәрежесі – баламалы емес (NEQ).

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2016 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

«Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мәтіні – ай сайынғы «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандартты қайта қараған немесе ауыстырған (жойған) жағдайда, тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады».

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

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

САРЫ МАЙ
Құрамында ас тұзының болуын анықтау

Енгізілген күні 2012-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт қаймақ майының құрамындағы тұз мөлшерін анықтау әдістерін бекітеді:

- құрамындағы тұз мөлшерін титриметриялық әдіспен анықтау;
- құрамындағы тұз мөлшерін потенциометриялық әдіспен анықтау.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік құжаттар қажет. Сілтеме жасалған құжаттың қолданылу мерзімі көрсетілгендері үшін тек сілтеме жасалған басылымын қолданады, ал қолданылу мерзімі көрсетілмегендері үшін сілтемелік басылымның тек соңғы шыққан басылымын қолданады (оның барлық өзгертулерімен қоса):

Техникалық регламент «Өрт қауіпсіздігіне қойылатын жалпы талаптар», Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 ж. 16 қаңтардағы №14 Қаулысымен бекітілген.

Техникалық регламент «Нысандары қорғау үшін өрт техникасы қауіпсіздігіне қойылатын талаптар», Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 ж. 16 қаңтардағы №16 Қаулысымен бекітілген.

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік техникалық реттеу жүйесі. Қазақстан Республикасында халықаралық, өңірлік және шетелдік мемлекеттердің ұлттық стандарттарын, стандарттау жөніндегі басқа нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ГОСТ 12.1.019-79 ЕҚҚЖ. Электроқауіпсіздік. Қорғау түрлерінің жалпы талаптары және номенклатура.

ГОСТ 1277-75 Реактивтер. Азотқышқылды күміс. Техникалық шарттар.

ГОСТ 1770-74 Өлшеуіш зертханалық шыны ыдыс. Цилиндрлер, мензуркалар, колбалар, шынысауыттар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 4233-77 Реактивтер. Хлорлы натрий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4459-75 Реактивтер. Хромды-қышқылды калий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4461-77 Реактивтер. Азотты қышқыл. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6709-72 Дистилденген су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 19881-74 pH сүт және сүт өнімдерін бақылауға арналған потенциометриялық талдауыштар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 26809-86 Сүт және сүт өнімдері. Қабылдау ережелері, іріктеу әдістері және сынамаларды талдауға дайындау.

ГОСТ 28498-90 Сұйықтық шыны термометрлер. Жалпы техникалық талаптар. Сынау әдістері.

ГОСТ 29230-91 Зертханалық шыны ыдыстар. Градуирленген пипеткалар. 4-бөлім. Ісінген пипеткалар

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Зертханалық шын ыдыстар. Бюреткалар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Сынау әдісі мен нәтижелер дәлдігі (дұрыстығы және прецизиондығы). 1-бөлім. Негізгі ережелер және анықтаулар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2002 Сынау әдісі мен нәтижелер дәлдігі (дұрыстығы және прецизиондығы). 2-бөлім. Өлшеудің стандартты әдісінің қайталанушылығын және өнімділігін анықтаудың негізгі әдісі.

ИСО 707:2008 Сүт және сүт өнімдері. Сынамаларды іріктеу жөніндегі жетекшілік.

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты қолдану кезінде жыл сайын шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткішінде және ай сайын шығарылатын ақпараттық көрсеткіштерде сілтеме жасалған стандарттардың ағымдағы жыл бойынша қолданылуын тексерген дұрыс. Егер сілтеме жасалған құжат орнына басқасы енгізілген (өзгертілген) болса, онда осы стандартты қолдану кезінде орнына енгізілген (өзгертілген) құжатты жетекшілікке алу керек. Егер сілтеме жасалған құжат күші жойылған болса, орнына басқасы енгізілмесе, онда ол құжатқа сілтеме жасалған құжатқа тиісті емес бөліктерімен ғана қолданылады.

3 Әдістің мәні

3.1 Титриметриялық әдіс

Индикатор ретінде калий хроматын пайдаланып күміс нитраты қоспасын титрлеу арқылы ерітіндіде хлорды еріту (Мора реакциясы).

Индикатор ретінде калий хроматын пайдаланып күміс нитраты қоспасын титрлеу арқылы ерітіндіде хлоридті еріту

3.2 Потенциометрлік әдіс

Хлорид иондарын күміс нитраты қоспасын стандартты титрлеу арқылы потенциометриялық әдіспен титрлейді.

4 Өлшем құралдары, көмекші жабдықтар, материалдар мен реактивтер

4.1 Реактивтер

- дистилденген су ГОСТ 6709 бойынша;
- азотқышқылды күміс ГОСТ 1277 бойынша;
- хлорлы натрий ГОСТ 4233 бойынша;
- азотты қышқыл, х.ч. ГОСТ 4461 бойынша;
- калий хроматы ГОСТ 4459 бойынша;

4.2 Өлшем құралдары және көмекші жабдықтар

- потенциометриялық талдауыш ГОСТ 19881 бойынша;
- ионөлшеуіш И-130 немесе қолданыстағы нормативтік құжаттамаларға сәйкес 0,5 мВ аспайтын бөлу құны бар басқа өлшеуіш;
- қолданыстағы нормативтік құжаттамаларға сәйкес күміс электрод;
- қолданыстағы нормативтік құжаттамаларға сәйкес салыстырмалы сульфатты тотығу электроды;
- ГОСТ 24104 бойынша ± 0,001 г абсолютті қателігі бар аз рұқсат етілген шектегі жоғары дәлдік класындағы талдау таразылары;
- өлшеуіш колбалар ГОСТ 1770 бойынша;
- 50, 100 $см^3$ сыйымдылықтағы өлшеуіш цилиндрлер ГОСТ 1770 бойынша;
- градуирленген пипеткалар ГОСТ 29230 бойынша;
- 50 $см^3$ сыйымдылықтағы қошқыл шыны бюреткалар ГОСТ 29251 бойынша;
- қолданыстағы нормативтік құжаттамаларға сәйкес магнитті араластырғыштар;
- 2 °С бөлу құнымен 0 °С ден 100 °С дейінгі сұйық шыны термометрлер ГОСТ 28498 бойынша.

1 ЕСКЕРТПЕ Талдау жасау үшін талдау үшін таза (т.ұ.т.) санаттылардан төмен болмайтын реактивтер қолданылады.

2 ЕСКЕРТПЕ Баламалы метрологиялық сипаттамасы бар аппараттарды, өлшеу ыдыстарын, реактивтерді қолдануға рұқсат беріледі.

3 ЕСКЕРТПЕ Қолданылатын өлшеу құралдары Өлшем бірлігімен қамтамасыз ету саласындағы заңнамаларға сәйкес типін бекіту және метрологиялық аттестаттау, тексеру және Қазақстан Республикасының реестріне енгізу мақсатында сынаудан өтуге тиіс.

5 Өлшеуді орындауға қойылатын жалпы талаптар

5.1 Жұмысты қауіпсіз жүргізу шарттары

5.1.1 Талдауды іс жүзінде жасауға зертханаларда жұмыс істеу кезінде қауіпсіздік техникасы бойынша нұсқаулықтардан өткен (нұсқаулықтар журналында белгіленген) және осы стандартпен танысқан мамандарға рұқсат етіледі.

5.1.2 Электркұрылғылармен жұмыс кезінде электроқауіпсіздік - ГОСТ 12.1.019 бойынша.

5.1.3 Зертхана ғимараты 16.01.2009 ж. № 14 «Өрт қауіпсіздігіне қойылатын жалпы талаптар» техникалық регламенті бойынша өрт қауіпсіздігі талаптарына сәйкес болуы керек және 16.01.2009 ж. № 16 «Нысандарды қорғау үшін өрт техникасы қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентіне сәйкес өрт сөндіру құралдары болуы керек.

5.2 Маманның біліктілігіне қойылатын талаптар

Қолданылатын жабдықты пайдалану жөніндегі нұсқаулықтарды оқыған және зертхана техникасын қолдана алатын маман ғана өлшеу жүргізе алады.

5.3 Өлшеу жүргізу шарттары

- қоршаған ауа температурасы (20 ± 5) °С;
- атмосфералық қысым (84 - 106,7) кПа;
- салыстырмалы ылғалдылығы (65 ± 15) %.

6 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу ГОСТ 26809 бойынша, экспорттық-импорттық операциялар үшін ИСО 707 бойынша жүргізіледі.

7 Өлшеулерді орындауға дайындық

7.1 Стандартты 0,1 моль/дм^3 шоғырланған күміс нитраты қоспасын ($AgNO_3$) дайындау

17 г күміс нитратын сыйымдылығы 1000 см^3 өлшеуіш колбада ерітеді және дистилденген су деңгейіне дейін жеткізеді. 0,1 моль/дм^3 шоғырланған күміс нитраты қоспасын түзету коэффициентін натрий хлориді (NaCl) бойынша анықтайды. Натрий хлоридін алдын ала 300 °С температурада 2 сағат бойы кептіріп алады. Қараңғы жерде сақтайды. Дайын ерітіндіні қолдануға болады.

7.2 Титриметриялық әдіс

7.2.1 Калий хроматының индикаторлық ерітіндісі.

50 г калий хроматын (K_2CrO_4) 1000 см^3 дистилденген суда ерітеді.

7.3 Потенциометриялық әдіс

7.3.1 Азот қышқылы (HNO_3) = 4 моль/дм^3

4 моль/дм^3 шоғырланған молярлы азот қышқылы ерітіндісін дайындайды.

8 Сынау жүргізу

8.1 Өлшеуді титриметриялық әдіспен жүргізу

8.1.2 Титрлеуге арналған колбаға 4,5 г ден 5,5 г дейін сынаманы салады және оған 100 см^3 қайнаған су құяды немесе қайнағанша қыздырады. Ыдыстағы қоспаны шайқап

араластырады.

8.1.3 Титрлеуді 50 °С температурада жүргізеді. Бұл температура сарғылт түстің пайда болуына әсер ететін сүт қаймағының коагуляция процесін болдырмауға ықпал етеді.

8.1.4 Ыдыстағы қоспаны тұндырады, оған 2 $см^3$ калий хроматы ерітіндісін қосады және сарғылт түс пайда болғанға дейін күміс нитраты ерітіндісімен титрлейді.

8.1.5 Бос анықтау

Бос анықтауды жоғарыда сипатталған сынамаларсыз жүргізеді.

8.1.6 Нәтижелерді өңдеу

8.1.6.1 Қаймақ майындағы тұздың үлестік салмағын w, % 1-теңдеу бойынша есептейді.

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times 5{,}844 \times c \times K}{m}, \quad (1)$$

Мұндағы: V_1 – сынамаларды титрлеуге кеткен күміс нитраты қоспасының шығыны, $см^3$;

V_0 – бос сынаманы титрлеуге кеткен күміс нитраты қоспасының шығыны, $см^3$;

с – күміс нитратының шоғырлануы, моль/$дм^3$;

m – сынама салмағы, г;

5,844 – NaCl салмағы, 1 моль/$дм^3$, г молярлық шоғырлануымен 1 $см^3$ стандартты қоспадағы күміс нитратының эквивалентті салмағы;

К – 0,1 моль/$дм^3$ күміс нитраты қоспасының түзету коэффициенті.

8.1.6.2 Шоғырлануы 14,53 г/$дм^3$ күміс нитраты қоспасын және 0,01 г дейінгі дәлдікпен өлшенген 5 г сынаманы пайдалану кезінде қаймақ майындағы тұздың үлестік салмағын w, % 2-теңдеу бойынша есептейді.

$$w = \frac{(V_1 - V_0)}{10}, \quad (2)$$

Мұндағы: V_1 – титрленген сынамада (14,53 г/$дм^3$) күміс нитраты қоспасының шығыны, $см^3$;

8.2 Өлшеуді потенциометриялық әдіспен жүргізу

8.2.1 Титрлеуге арналған колбаға 2 г ден 4 г дейін сынаманы салады және оған 100 $см^3$ қайнаған су құяды немесе 100 $см^3$ суық су құйып қайнағанша қыздырады. Алынған қоспаны 55 °С температураға дейін суытады.

Потенциометриялық титрлеуге арналған ыдысты электромагнитті араластырғышқа бекітеді, алынған қоспаға электродтарды барынша терең батырады және бюреткалар көмегімен стандартты күміс нитраты қоспасын аз мөлшерде қоса отырып титрлейді. Титрлеуді үздіксіз араластыра отырып бірқалыпты жүргізу керек. Қажетті әлеует деңгейіне жеткен соң, әлеуеттің өзгеруі салыстырмалы түрде тұрақты күйге жеткенше титрлеуді жалғастыра береді.

Қиын титрлену кезінде титрлеуді бастағанға дейін 2 $см^3$ – 3 $см^3$ азот қышқылы ерітіндісін қосады.

8.2.2 Бос анықтау

Бос анықтауды жоғарыда сипатталған сынамаларсыз жүргізеді.

8.2.3 Нәтижелерді өңдеу

8.2.3.1 Қаймақ майындағы тұздың үлестік салмағын w, % 1-теңдеу бойынша есептейді (8.1.6.1).

9 Сынау нәтижелерінің дәлдігін бақылау

Өлшеу (қайталанушылығы және өнімділігі) дәлдігін бақылау ГОСТ ИСО 5725-1 және ГОСТ ИСО 5725-2 талаптарына сәйкес жүргізіледі.

9.1 Титриметриялық әдіс

9.1.1 Қайталанушылығы

Аздаған уақыт аралығында бірдей жабдықтарды пайдаланып, бірдей жағдайда бір зертханада, бір маманның қолымен талдау жасалған, бірдей сынама материалдарын пайдаланып, бірдей әдістерді қолдану кезінде алынған жекелеген екі нәтижелер арасындағы абсолюттік айырмашылығы 0,03 % аспайтын (үлестік салмағы) 5% ғана болуы керек.

9.1.2 Өнімділігі

Әр түрлі жабдықтарды пайдаланып, әр түрлі жағдайда бір зертханада, басқа мамандардың қолымен талдау жасалған, әр түрлі сынама материалдарын пайдаланып, әр түрлі әдістерді қолдану кезінде алынған жекелеген екі талдама арасындағы абсолюттік айырмашылығы 0,05 % аспайтын (үлестік салмағы) 5% ғана болуы керек.

9.2 Потенциометриялық әдіс

9.2.1 Зертханааралық талдау

Әдістің дәлдігін зертханааралық талдау нәтижелері туралы егжей-тегжейлі А қосымшасында берілген.

Осы зертханааралық талдау нәтижелерінің мәні шоғырлану шегіндегі нәтижелерден айырмашылығы болуы мүмкін.

9.2.2 Қайталанушылығы

Аздаған уақыт аралығында бірдей жабдықтарды пайдаланып, бірдей жағдайда бір зертханада, бір маманның қолымен талдау жасалған, бірдей сынама материалдарын пайдаланып, бірдей әдістерді қолдану кезінде алынған жекелеген екі нәтижелер арасындағы абсолюттік айырмашылығы 0,5 % аспайтын (үлестік салмағы) 5% ғана болуы керек.

9.2.3 Өнімділігі

Әр түрлі жабдықтарды пайдаланып, әр түрлі жағдайда бір зертханада, басқа мамандардың қолымен талдау жасалған, әр түрлі сынама материалдарын пайдаланып, әр түрлі әдістерді қолдану кезінде алынған жекелеген екі талдама арасындағы абсолюттік айырмашылығы 0,08 % аспайтын (үлестік салмағы) 5% ғана болуы керек.

10 Сынау хаттамасы

Сынау туралы есеп беруде мыналар қамтылуға тиіс:

а) үлгі атауы;

б) осы стандартқа жасалған сілтеме;

в) нәтижелерді беру;

г) осы әдістен ауытқыған кез келген жағдайлар және нәтижеге әсер етуі мүмкін жағдайлар туралы мәліметтер.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Зертханааралық талдау нәтижелері

А.1 Талдау он бір зертхана базасында, алты әр түрлі қаймақ майының сынамаларына жасалды. Әрбір сынама теңдей екі бөлікке бөлініп, 12 сынама алынды.

Осы талдауды Норвегия тамақ өнімдерін және қоршаған ортаны зерттеу институты ұйымдастырып жасады. Алынған нәтижелер ИСО 5725-1 және ИСО 5725-2 талаптарына сәйкес статистикалық әдіспен талданды (А.1 кесте).

Алынған нәтижелер негізінде, r қайталанушылық шегі 0,05 % шегінде анықталды. Өнімділік шегі R 0,08 % шегінде анықталды.

А.1-кесте. Зертханааралық талдау нәтижелері

	Май үлгілері						
	A	**B**	**C**	**D**	**E**	**F**	**орташа**[b]
Зертхана нөмірі	10	10	10	11	9	11	
Орташа мәні[a]	1,388	1,306	1,051	0,015	2,027	1,295	
Қайталанушылықтың стандартты ауытқуы, s_r [a]	0,016	0,017	0,017	0,003	0,016	0,023	0,018
Қайталанушылықтың вариациялық коэффициенті[a]	1,13	1,43	1,65	20,73	0,77	1,81	1,36
Қайталанушылық шегі, r (= 2,8 s_r)[a]	0,044	0,052	0,048	0,008	0,044	0,066	0,051
Өнімділігінің стандартты ауытқуы, s_R[a]	0,023	0,041	0,024	0,013	0,025	0,026	0,028
Өнімділігінің вариациялық коэффициенті[a]	1,62	3,16	2,32	88,80	1,22	2,04	2,07
Өнімділігінің шегі R (= 2,8 s_R)[a]	0,063	0,115	0,068	0,036	0,069	0,074	0,078

[a] Пайыздағы үлестік салмағы.
[b] D майының сынамасынсыз орташа мәні.

А.2 9.2 бойынша қосымша талдау жасалды. Талдау титрлеуге дейін азот қышқылының қосылған-қосылмағанын тексеру мақсатында жасалды. Алынған нәтижелердегі мардымсыз өзгерістер түрлендірілген және түрлендірілмеген әдістерді қолдану кезінде бекітілген жоқ.

Азот қышқылы қосылған жағдайдағы алынған талдау (түрлендірілген әдіс) нәтижелері А.2 кестесінде берілді.

А.2-кесте. HNO_3 қолданылған зертханааралық талдау нәтижелері

	Май үлгілері						
	A	**B**	**C**	**D**	**E**	**F**	**орташа**[b]
Зертхана нөмірі	9	10	10	10	9	11	
Орташа мәні[a]	1,385	1,314	1,047	0,017	2,021	1,297	
Қайталанушылықтың стандартты ауытқуы, s_r [a]	0,012	0,010	0,013	0,002	0,011	0,023	0,014
Қайталанушылықтың вариациялық коэффициенті[a]	0,88	0,80	1,21	12,68	0,52	1,75	1,03
Қайталанушылық шегі, r (= 2,8 s_r)[a]	0,034	0,029	0,035	0,006	0,030	0,064	0,038
Өнімділігінің стандартты ауытқуы, s_R[a]	0,021	0,020	0,013	0,015	0,040	0,030	0,025
Өнімділігінің вариациялық коэффициенті[a]	1,52	1,50	1,29	90,88	1,97	2,29	1,97
Өнімділігінің шегі R (= 2,8 s_R)[a]	0,059	0,055	0,038	0,043	0,112	0,083	0,069

[a] Пайыздағы үлестік салмағы.
[b] D майының сынамасынсыз орташа мәні.

Д.А қосымшасы
(ақпараттық)

Мемлекеттік стандарттардың сілтеме жасалған халықаралық стандарттарға сәйкестігі туралы мәліметтер

Халықаралық стандарттың белгіленуі мен атауы	Сәйкестік деңгейі	Мемлекеттік стандарттың белгіленуі мен атауы
ISO 1738:2004 Қаймақ майы. Құрамындағы тұзды анықтау	—	—
ISO 15648:2004 Қаймақ майы. Құрамындағы тұзды анықтау. Потенциометриялық әдіс.	—	—

ӘОЖ 637.2:006.35 **МСЖ 67.100.20**

Түйінді сөздер: титриметриялық әдіс, потенциометриялық әдіс, ас тұзы.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ
Определение содержания поваренной соли

СТ РК 2086-2011

(ИСО 1738:2004, ИСО 15648:2004, NEQ)

Издание официальное

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

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии и ТК по стандартизации № 71 в области экологической безопасности «Объекты окружающей среды. Промышленные отходы».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 12 августа 2011г. № 411-од.

3 Настоящий стандарт учитывает требования международных стандартов ISO 1738:2004 Butter – Determination of salt content (Масло сливочное. Определение содержания соли), ISO 15648:2004 Butter – Determination of salt content – Potentiometric method (Сливочное масло. Определение содержания соли. Потенциометрический метод).

Международные стандарты разработаны техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34, Пищевые продукты, Подкомитетом SC 5, Молоко и молочные продукты и Международной молочной федерацией (IDF) при сотрудничестве с Международной AOAC.

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены дополнительно в Приложение Д.А.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на который имеются ссылки, находится в РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии.

Степень соответствия - неэквивалентная (NEQ).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2016 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ
Определение содержания поваренной соли

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания соли в сливочном масле:

- определение содержания соли титриметрическим методом;
- определение содержания соли потенциометрическим методом.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

Технический регламент «Общие требования к пожарной безопасности» от 16.01.2009 № 14, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» от 16.01.2009 № 16, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 1277-75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4459-75 Реактивы. Калий хромово-кислый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 19881-74 Анализаторы потенциометрические для контроля pH молока и молочных продуктов. Общие технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

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

ГОСТ 29230-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные.

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

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

ИСО 707:2008 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб.

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 затрагивающий эту ссылку.

3 Сущность метода

3.1 Титриметрический метод

Растворенные хлориды в растворе подвергают титрованию раствором нитрата серебра, с использованием хромата калия в качестве индикатора (реакция Мора).

3.2 Потенциометрический метод

Ионы хлорида титруют потенциометрическим методом с помощью стандартного титрованного раствора нитрата серебра.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

4.1 Реактивы

- дистиллированная вода по ГОСТ 6709;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- азотная кислота, х.ч. по ГОСТ 4461;
- хромат калия по ГОСТ 4459;

4.2 Средства измерений и вспомогательное оборудование

- анализатор потенциометрический по ГОСТ 19881;
- иономер И-130 или другой с ценой деления не более 0,5 мВ, в соответствии действующей нормативной документацией;
- электрод серебряный в соответствии действующей нормативной документацией;
- сравнительный сульфатный ртутный электрод в соответствии действующей нормативной документацией;
- весы аналитические высокого класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г по ГОСТ 24104;
- мерные колбы по ГОСТ 1770;
- цилиндры мерные вместимостью 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29230;
- бюретки из темного стекла вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 29251;
- мешалка магнитная в соответствии действующей нормативной документацией;
- термометры жидкостные стеклянные от 0 °С до 100 °С с ценой деления 2 °С по ГОСТ 28498.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Для проведения анализа применяются реактивы не ниже квалификации чистые для анализа (ч.д.а.).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, реактивы имеющие аналогичные метрологические характеристики или выше.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения

типа или метрологической аттестации, поверке и внесению в реестр Республики Казахстан в соответствии с законодательством в области обеспечения единства измерений.

5 Общие требования к выполнению измерений

5.1 Условия безопасного проведения работ

5.1.1 К практическому выполнению анализов допускаются специалисты, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории (с отметкой в журнале инструктажа) и ознакомившиеся с настоящим стандартом.

5.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

5.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по Техническому регламенту «Общие требования к пожарной безопасности» от 16.01.2009 № 14 и иметь средства пожаротушения в соответствии с Техническим регламентом «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» от 16.01.2009 № 16.

5.2 Требования к квалификации специалистов

Измерения может проводить специалист, владеющий техникой лабораторных работ и изучивший инструкцию по эксплуатации, используемого оборудования.

5.3 Условия выполнения измерений

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление (84 - 106,7) кПа;
- относительная влажность (65 ± 15) %.

6 Отбор проб

Отбор проб по – ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операции – по ИСО 707.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Приготовление стандартного раствора нитрата серебра ($AgNO_3$) с концентрацией 0,1 моль/дм^3.

Растворяют 17 г нитрата серебра в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Коэффициент поправки к раствору нитрата серебра с концентрацией 0,1 моль/дм^3 определяют по хлориду натрия (NaCl), который предварительно высушивают при температуре 300 °С в течении 2 ч. Хранить раствор в темном месте. Возможно использование готового раствора.

7.2 Титриметрический метод

7.2.1 Индикаторный раствор хромата калия

Растворяют 50 г хромата калия (K_2CrO_4) в 1000 см^3 дистиллированой воды.

7.3 Потенциометрический метод

7.3.1 Азотная кислота *с* (HNO_3) = 4 моль/дм^3

Готовят раствор азотной кислоты с молярной концентрацией 4 моль/дм^3.

8 Проведение испытания

8.1 Выполнение измерений титриметрическим методом

8.1.2 В колбу для титрования помещают от 4,5 г до 5,5 г пробы и добавляют 100 см^3 кипящей воды или 100 см^3 холодной воды и нагревают до кипения. Содержимое сосуда перемешивают.

8.1.3 Титрование проводят при температуре 50 °С. Эта температура позволяет

предотвратить процесс коагуляции молочного жира, что влияет на появление оранжевого оттенка.

8.1.4 Содержимое колбы остужают, добавляют 2 $см^3$ раствора хромата калия и титруют раствором нитрата серебра до появления оранжевого оттенка.

8.1.5 Холостое определение

Холостое определение проводят методом, описанным выше без пробы.

8.1.6 Обработка результатов

8.1.6.1 Массовую долю содержания соли в сливочном масле w, % вычисляют по Формуле 1:

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times 5{,}844 \times c \times K}{m}, \quad (1)$$

где V_1 – расход раствора нитрата серебра на титрование пробы, $см^3$;

V_0 – расход раствора нитрата серебра на титрование холостой пробы, $см^3$;

c – концентрация нитрата серебра, моль/$дм^3$;

m – масса пробы, г;

5,844 – масса NaCl, эквивалентная массе нитрата серебра в 1 $см^3$ стандартного раствора с молярной концентрацией 1 моль/$дм^3$, г;

K – коэффициент поправки к раствору нитрата серебра 0,1 моль/$дм^3$.

8.1.6.2 При использовании раствора нитрата серебра с концентрацией 14,53 г/$дм^3$ и 5 г пробы, взвешенной с точностью до 0,01 г, массовую долю содержания соли в сливочном масле w, % вычисляют по Формуле 2:

$$w = \frac{(V_1 - V_0)}{10}, \quad (2)$$

где V_1 – расход раствора нитрата серебра (14,53 г/$дм^3$) на титрование пробы, $см^3$;

8.2 Выполнение измерений потенциометрическим методом

8.2.1 В колбу для титрования помещают от 2 г до 4 г пробы и добавляют 100 $см^3$ кипящей воды или 100 $см^3$ холодной воды и нагревают до растворения пробы. Полученную массу остужают до температуры 55 °С.

Сосуд для потенциометрического титрования устанавливают на электромагнитную мешалку, погружают электроды в полученную массу как можно глубже и титруют стандартным раствором нитрата серебра с помощью бюретки, добавляя его небольшими порциями. Титрование необходимо проводить равномерно постоянно помешивая. После достижения скачка потенциала продолжают титрование до тех пор, пока изменение потенциала станет относительно постоянным.

При затруднительном титровании до начала титрования добавляют 2 $см^3$ – 3 $см^3$ раствора азотной кислоты.

8.2.2 Холостое определение

Холостое определение проводят методом, описанным выше без пробы.

8.2.3 Обработка результатов

8.2.3.1 Массовую долю содержания соли в сливочном масле w, % вычисляют по Формуле 1 (8.1.6.1).

9 Контроль точности результатов испытания

Контроль точности измерений (повторяемость и воспроизводимость) производят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2.

9.1 Титриметрический метод

9.1.1 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами, полученными при использовании одинаковых методов и с использованием идентичного пробного материала в условиях одной и той же лаборатории при исполнении анализа одним и тем же лаборантом и при использовании одинакового оборудования в небольшой промежуток времени должна составлять в 5 % случаев не более чем 0,03 % (массовая доля).

9.1.2 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами отдельных анализов при использовании одинаковых методов и идентичного пробного материала в разных лабораториях при исполнении анализа разными лаборантами и на разном оборудовании должна составлять в 5 % случаев не более чем 0,05 % (массовая доля).

9.2 Потенциометрический метод

9.2.1 Межлабораторный анализ

Подробности о результатах межлабораторного анализа на точность метода приведены в Приложении А.

Значения, полученные в данном межлабораторном анализе, могут отличаться от полученных результатов в пределах концентрации.

9.2.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами, полученными при использовании одинаковых методов и с использованием идентичного пробного материала в условиях одной и той же лаборатории при исполнении анализа одним и тем же лаборантом и при использовании одинакового оборудования в небольшой промежуток времени должна составлять в 5 % случаев не более чем 0,5 % массовой доли.

9.2.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами отдельных анализов при использовании одинаковых методов и идентичного пробного материала в разных лабораториях при исполнении анализа разными лаборантами и на разном оборудовании должна составлять в 5 % случаев не более чем 0,08 % массовой доли.

10 Протокол испытаний

Отчет об испытании должен включать следующую информацию:

а) наименование образца;

б) ссылку на настоящий Стандарт;

в) выражение результатов;

г) любое отклонение от настоящего метода и сообщения об обстоятельствах, которые могли повлиять на результаты.

Приложение А
(информационное)

Результаты межлабораторного анализа

А.1 Анализ проводился на базе одиннадцати лабораторий, шести различных проб сливочного масла. Каждая проба была разделена на две равные части, что дало 12 проб.

Данный анализ был организован и проведен Норвежским Институтом анализа пищи и окружающей среды. Полученные результаты были проанализированы статистическими методами в соответствии с требованиями ИСО 5725-1 и ИСО 5725-2 (Таблица А.1).

На основании полученных результатов, предел повторяемости r определен в пределах 0,05 %. Предел воспроизводимости R определен в пределах 0,08 %.

Таблица А.1 Результаты межлабораторного анализа

	Образцы масла						
	A	**B**	**C**	**D**	**E**	**F**	**среднее[b]**
Номер лаборатории	10	10	10	11	9	11	
Среднее значение[a]	1,388	1,306	1,051	0,015	2,027	1,295	
Стандартное отклонение повторяемости, s_r [a]	0,016	0,017	0,017	0,003	0,016	0,023	0,018
Вариационный коэффициент повторяемости[a]	1,13	1,43	1,65	20,73	0,77	1,81	1,36
Предел повторяемости, r (= 2,8 s_r)[a]	0,044	0,052	0,048	0,008	0,044	0,066	0,051
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R[a]	0,023	0,041	0,024	0,013	0,025	0,026	0,028
Вариационный коэффициент воспроизводимости[a]	1,62	3,16	2,32	88,80	1,22	2,04	2,07
Предел воспроизводимости, R (= 2,8 s_R)[a]	0,063	0,115	0,068	0,036	0,069	0,074	0,078

[a] Массовая доля в процентах.
[b] Среднее значение без пробы масла D.

А.2 Был проведен дополнительный анализ по 9.2. Анализ проводился с целью проверки возможности добавления азотной кислоты до титрования. Значительных изменений в полученных результатах не установлено при использовании немодифицированного и модифицированного метода.

Результаты анализа, полученные при добавлении азотной кислоты (модифицированный метод) приведены в Таблице А.2.

Таблица А.2 Результаты межлабораторного анализа с применением HNO_3

	Образцы масла						
	A	**B**	**C**	**D**	**E**	**F**	**среднее[b]**
Номер лаборатории	9	10	10	10	9	11	
Среднее значение[a]	1,385	1,314	1,047	0,017	2,021	1,297	
Стандартное отклонение повторяемости, s_r[a]	0,012	0,010	0,013	0,002	0,011	0,023	0,014
Вариационный коэффициент повторяемости[a]	0,88	0,80	1,21	12,68	0,52	1,75	1,03
Предел повторяемости, r (= 2,8 s_r)[a]	0,034	0,029	0,035	0,006	0,030	0,064	0,038
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R[a]	0,021	0,020	0,013	0,015	0,040	0,030	0,025
Вариационный коэффициент воспроизводимости[a]	1,52	1,50	1,29	90,88	1,97	2,29	1,97
Предел воспроизводимости, R (= 2,8 s_R)[a]	0,059	0,055	0,038	0,043	0,112	0,083	0,069

[a] Массовая доля в процентах.
[b] Среднее значение без пробы масла D.

Приложение Д.А
(информационное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным документам

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 1738:2004 Масло сливочное. Определение содержания соли	—	—
ISO 15648:2004 Сливочное масло. Определение содержания соли. Потенциометрический метод	—	—

УДК 637.2:006.35 **МКС 67.100.20**

Ключевые слова: титриметрический метод, потенциометрический метод, поваренная соль.

Басуға _____ж. қол қойылды. Пішімі 60х84 1/16 Қағазы офсеттік.
Қаріп түрі «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) 240074, 793324

gost.e-ecolog.ru