МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33613—
2015**

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ

Потенциометрический метод определения активной кислотности плазмы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» (ФГБНУ «ВНИИМС»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 2015 г. № 82-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 ноября 2015 г. № 1938-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33613—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51456—99*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 ноября 2015 г. № 1938-ст ГОСТ Р 51456—99 отменен с 1 июля 2016 г.

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

© Стандартинформ, 2016

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 Сущность метода 2
5 Отбор проб 2
6 Условия проведения измерений 2
7 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы 2
8 Подготовка к проведению измерений 3
9 Проведение измерений 5
10 Обработка результатов измерений 5
11 Метрологические характеристики метода 5
12 Требования безопасности 6
Библиография 7

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

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ
Потенциометрический метод определения активной кислотности плазмы

Butter. Potentiometric method for determination of pH of the serum

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сливочное масло и устанавливает потенциометрический метод определения активной кислотности (pH) плазмы.

Допускается применять настоящий метод для контроля активной кислотности плазмы масляных паст и сливочно-растительных спредов.

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 технологические характеристики. Методы их определения.

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

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

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2002** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 23094—78 Жиромеры стеклянные. Общие технические условия

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

ГОСТ 26809.2—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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 в соответствии с [1], а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **активная кислотность:** Разность потенциалов, измеренная при фиксированной температуре 20 °С между двумя электродами, погруженными в плазму, определенная по методу, установленному настоящим стандартом, выраженная в единицах pH.

4 Сущность метода

Метод основан на измерении разности потенциалов между селективным к ионам водорода стеклянным электродом (измерительным) и электродом сравнения, помещенными в плазму, выделенную из продукта.

5 Отбор проб

Отбор проб и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.2.

6 Условия проведения измерений

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующие условия:
- температура окружающего воздуха, °С ..... (20 ± 5);
- относительная влажность воздуха, % ..... от 30 до 95;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) ..... от 85 до 105 (от 630 до 795);
- температура плазмы, °С ..... (20 ± 5).

7 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Анализатор потенциометрический с диапазоном измерения от 0 до 14 ед. pH и пределами допускаемого значения основной абсолютной погрешности преобразователя ± 0,02 ед. pH.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,02 г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные по ГОСТ 28498 или спиртовые типа ТТЖ, или электронные, диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С.

Термометр ТЛ-7, с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 105 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Центрифуга с частотой вращения ротора (1300 ± 200) мин $^{-1}$.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры в рабочей камере (50 ± 5) °С.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 0 °С до 100 °С, погрешностью ± 2 °С или баня водяная с нагревательным прибором.

Баня с ледяной водой.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Пробирки П2Т-50 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки П1(П2)–21—200 ТС по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2—500(1000)—2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2—100—34 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан Н-1—100(250) ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1(2) —50 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—2—25(50) по ГОСТ 29169.

Жиромеры стеклянные 1—40 по ГОСТ 23094.

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

Шпатель металлический.

Палочки стеклянные.

Пробки резиновые для жиромеров.

Промывалка лабораторная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч., раствор молярной концентрации 3 моль/дм^3.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Стандарт-титры по ГОСТ 8.135 для приготовления рабочих эталонов pH с номинальными значениями 4,01 и 6,86 или 7,41 ед. pH при температуре 25 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, свежеприготовленная, защищенная от поглощения углекислого газа.

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

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка пробы плазмы

8.1.1 Выделение плазмы

В стакан вместимостью 250 см^3 вносят 150 г анализируемого продукта. Стакан помещают в водяную баню или сушильный шкаф при температуре (50 ± 5) °С и выдерживают до полного расплавления и разделения пробы на жир и плазму.

Стакан вынимают из водяной бани (сушильного шкафа) и проводят отбор пробы плазмы для анализа.

При хорошем разделении фаз отбор плазмы проводят пипеткой непосредственно из стакана с продуктом. Для этого пробу с разделившимися фазами (жир и плазма) охлаждают до комнатной температуры для образования на поверхности пробы застывшего жира. Затем пипетку объемом 25 или 50 см^3, при закрытом верхнем отверстии, осторожно под прямым углом опускают в стакан с продуктом, проколов застывший жир, так чтобы сливной кончик пипетки касался дна. Отбирают не менее 30 см^3 плазмы, не допуская попадания в пипетку жира. Попавший на поверхность пипетки жир удаляют фильтровальной бумагой и только после этого отобранную молочную плазму помещают в стакан (коническую колбу) вместимостью 100 см^3, из которого отбирают пробу для анализа.

В случае плохого разделения фаз для продукта, изготовленного с использованием стабилизаторов консистенции, стакан вынимают из водяной бани (сушильного шкафа) и осторожно сливают верхний слой жира. Оставшуюся в стакане после отделения жира плазму переносят в жиромер, заполняя его до основания горловины, или в пробирку вместимостью 50 см^3. Жиромер (пробирку) плотно закрывают пробкой, помещают в центрифугу пробкой вниз и центрифугируют 5 мин. Затем жиромер (пробирку) помещают в ледяную баню градуированной частью вверх так, чтобы уровень воды был выше уровня содержимого жиромера (пробирки) и выдерживают до застывания жира, отделившегося от плазмы в процессе центрифугирования. Свободную от жира плазму осторожно выливают в стакан вместимостью 100 см^3 и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

От пробы продукта, изготовленного с использованием стабилизаторов консистенции, после разделения фаз жира и плазмы плазму отбирают при температуре 30 °С – 35 °С, так как она имеет вязкую консистенцию.

8.1.2 Отбор плазмы для измерения

Полученную плазму переносят в пробирку высотой (200 ± 5) мм и внутренним диаметром (21 ± 1) мм или стакан вместимостью 50 $см^3$ и доводят на водяной бане до температуры (20 ± 1) °С.

8.2 Приготовление буферных растворов

8.2.1 Для градуировки прибора используют два стандартных буферных раствора, значения которых при определенной температуре известны. Буферные растворы выбирают так, чтобы численное значение активной кислотности пробы плазмы сливочного масла находилось между численными значениями активной кислотности соответствующих буферных растворов.

Буферные растворы, используемые в качестве рабочих эталонов pH, готовят из комплекта стандарт-титров со значением активной кислотности, равным 4,01; 6,86 или 7,41 ед. pH в соответствии с ГОСТ 8.135 (приложение В) или инструкцией изготовителя.

8.2.2 Рабочий эталон с номинальным значением активной кислотности 4,01 ед. pH при температуре 25 °С готовят растворением стандарт-титра гидрофталата калия в дистиллированной воде.

Рабочие эталоны с номинальными значениями активной кислотности 6,86 или 7,41 ед. pH при температуре 25 °С готовят растворением стандарт-титра, содержащего дигидрофосфат калия и моногидрофосфат натрия в дистиллированной воде, которую предварительно кипятят и охлаждают до температуры от 25 °С до 30 °С.

Примечания

1 Допускается использование импортных буферных растворов с номинальным значением 7,00 ед. pH при температуре 25 °С, которые применяют и хранят в соответствии с инструкцией.

2 Не допускается использование синтетических моющих средств при подготовке стеклянной посуды.

Срок хранения рабочих эталонов pH в плотно закрытой стеклянной или пластмассовой (полиэтиленовой) посуде в затемненном месте при температуре не выше 25 °С — не более 1 мес.

8.3 Подготовка прибора

Подготовку потенциометрического анализатора или pH-метра, или иономера (далее — прибор), электродов и их эксплуатацию проводят согласно инструкциям по эксплуатации.

8.4 Проверка и градуировка прибора по рабочим эталонам pH

8.4.1 Градуировку прибора проводят по буферным растворам – рабочим эталонам 3-го разряда с номинальными значениями 4,00 и 6,87 ед. pH при температуре 20 °С.

8.4.2 Полость вспомогательного электрода сравнения периодически пополняют электролитом — раствором хлористого калия.

8.4.3 Перед проверкой и градуировкой прибора электроды тщательно промывают дистиллированной водой. Остатки дистиллированной воды удаляют фильтровальной бумагой.

8.4.4 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.

Измерения в буферных растворах с номинальными значениями активной кислотности 4,00 и 6,87 (7,01; 7,42) 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 активной кислотности 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 активной кислотности буферных растворов — рабочих эталонов 3-го разряда.

8.4.5 Проверку правильности градуировки прибора по рабочим эталонам pH следует выполнять ежедневно перед началом работы и в процессе работы через каждые 10—12 измерений.

При анализе серии проб градуировку прибора проводят одним или более стандартными буферными растворами каждые 30 мин.

При испытании проб продукта с периодичностью более 30 мин градуировку прибора проводят непосредственно перед измерением.

9 Проведение измерений

9.1 Проведение измерений

Измерения активной кислотности плазмы анализируемого продукта проводят в соответствии с инструкцией на прибор.

Электроды прибора погружают в плазму, подготовленную в соответствии с 8.1, не касаясь стенок и дна стакана.

Проводят два измерения активной кислотности плазмы в условиях повторяемости. При установлении постоянного значения на шкале прибора снимают показания с отсчетом результата до второго десятичного знака после запятой.

9.2 Промывание электродов

Перед каждым измерением электроды промывают дистиллированной водой, остатки воды с электродов удаляют фильтровальной бумагой по ГОСТ 12026.

В случае измерения активной кислотности плазмы с повышенным содержанием жира, электроды промывают дистиллированной водой температурой от 40 °С до 45 °С.

По окончании измерений электроды промывают ацетоном по ГОСТ 2603 и затем дистиллированной водой температурой от 30 °С до 35 °С, воду удаляют фильтровальной бумагой по ГОСТ 12026.

10 Обработка результатов измерений

За окончательный результат измерений активной кислотности, округленный до первого десятичного знака, принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости (2).

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$(\dot{X} \pm \Delta) \quad \text{при } P = 0{,}95, \tag{1}$$

где $\dot{X}$ — окончательный результат измерения активной кислотности, ед. pH;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, приведенные в таблице 1, ед. pH.

11 Метрологические характеристики метода

11.1 Характеристики погрешности и прецизионности при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1 В единицах pH

Наименование продукта	Диапазон измерений активной кислотности	Предел повторяемости (для двух параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (для двух параллельных определений) R	Точность (границы, в которых находится абсолютная погрешность метода) $\pm\Delta$
Сливочное масло, масляные пасты, сливочно-растительные спреды	От 3,0 до 9,0 включ.	0,03	0,07	0,05

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений активной кислотности, полученных в условиях повторяемости (n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии

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

где X_1, X_2 — значения двух параллельных определений активной кислотности, полученные в условиях повторяемости, ед. pH;

r — предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 1, ед. pH.

Если условие (2) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6

При повторном превышении указанной нормы выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений активной кислотности плазмы в сливочном масле (масляной пасте, сливочно-растительных спредах), полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.3).

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

$$|X'_1 - X'_2| \le R, \qquad (3)$$

где X'_1, X'_2 — значения определений активной кислотности, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, ед. pH;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1, ед. pH.

12 Требования безопасности

12.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009, оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

12.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются специалисты, изучившие методику и прошедшие обучение работе на приборе и инструктаж по охране труда.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции», принятый Решением Совета Евразийской Экономической комиссии от 9 октября 2013 г. № 67

УДК 637.3:006.354 МКС 67.100.20

Ключевые слова: масло сливочное, плазма, активная кислотность, pH-метр, потенциометрический анализатор, потенциометрический метод, буферные растворы, электроды, отбор проб, обработка результатов, предел повторяемости, предел воспроизводимости, оформление результатов испытаний, контроль точности результатов испытаний, требования безопасности

Редактор *М.Е. Никулина*
Корректор *П.М. Смирнов*
Компьютерная верстка *А.В. Балвановича*

Подписано в печать 15.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 60 экз. Зак. 128.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru