МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33569— 2015

МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия

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 27 октября 2015 г. № 81-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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2015 г. № 1724-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33569—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 54076—2010

6 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

[*] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2015 г. № 1724-ст ГОСТ Р 54076—2010 отменен с 1 июля 2016 г.

© 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

МКС 67.100.30
67.100.99

Поправка к ГОСТ 33569—2015 Молочная продукция. Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 7 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ
Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия

Milk products.
Conductometric method for determination of sodium chloride

Дата введения* — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочную продукцию в части сыров, сырных продуктов и подсырной молочной сыворотки и устанавливает кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия.

Диапазон определений массовой доли хлористого натрия в сырах и сырных продуктах — от 0,1 % до 7,0 %.

Диапазон определений массовой доли хлористого натрия в подсырной молочной сыворотке — свыше 0,0 % до 4,0 %.

Метод предназначен для оперативного производственного контроля.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 12.1.019—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 обслуживания

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 ИСО 5725-6—2003*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9412—93 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13830—97 Соль поваренная пищевая. Общие технические условия

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

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

---

* Дату введения стандарта в действие на территории государств устанавливают их национальные органы по стандартизации.

** 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».

Издание официальное

ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

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

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] и [2], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **кондуктометрический метод:** Электрохимический экспресс-метод анализа, в основе которого лежит измерение удельной электропроводности водных растворов электролитов.

3.2 **удельная электропроводность:** Мера способности вещества проводить электрический ток.

3.3 **кондуктометр:** Прибор для измерения удельной электропроводности.

4 Сущность метода

Метод основан на измерении удельной электропроводности водной вытяжки сыра или сырного продукта, подсырной молочной сыворотки с использованием кондуктометра-солемера и определении массовой доли хлористого натрия в сыре, сырном продукте или подсырной молочной сыворотке.

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

Кондуктометр-солемер, оснащенный электродом, с техническими характеристиками, соответствующими типу кондуктометра, обеспечивающий возможность измерения показателя удельной электропроводности в диапазоне от 0,1 до 60 мСм/см, пределом допускаемой погрешности ± 1 % от показания прибора.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,02 г и ± 0,0002 г.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги, вместимостью стакана до 200 $см^3$ или терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией.

Ступка 4 с пестиком 2 по ГОСТ 9147.

Колбы мерные 2—50(100, 200, 500, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Стакан В—2—50(100, 250) ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1—10(50,100)—1(3) по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные оплавленные длиной не более 10 см.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Марля медицинская по ГОСТ 9412.

Стандартный калибровочный раствор известной удельной электрической проводимостью, например 12,88 мСм/см при температуре (25,0 ± 0,5) °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, удельной электрической проводимостью не более 0,005 мСм/см при температуре (25,0 ± 0,5) °С.

Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830, сорт экстра.

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

6 Отбор проб

6.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 26809.1 и ГОСТ 26809.2.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Градуировка кондуктометра

7.1.1 При подготовке к проведению измерений осуществляют градуировку кондуктометра.

7.1.2 Градуировку проводят в соответствии с требованиями паспорта или технических документов на прибор.

7.1.3 Для градуировки используют стандартный калибровочный раствор известной удельной электрической проводимостью, например 12,88 мСм/см при температуре (25,0 ± 0,5) °С.

7.1.4 При проведении градуировки в стакан вместимостью 100 $см^3$ наливают не менее 50 $см^3$ стандартного калибровочного раствора.

Датчик кондуктометра опускают в стандартный калибровочный раствор, следя за тем, чтобы все отверстия датчика были погружены в стандартный калибровочный раствор. Необходимо убедиться, что в нижней части датчика кондуктометра не осталось пузырьков воздуха. Для этого нижней частью датчика постукивают слегка по дну стакана со стандартным калибровочным раствором и, слегка потряхивая, вращают датчик.

Если показание прибора отличается от значения удельной электропроводности стандартного калибровочного раствора, проводят калибровку проводимости согласно требованиям паспорта или технических документов на прибор.

Выключают прибор.

7.2 Подготовка сыров к проведению измерений

7.2.1 Подготовка пробы твердой молочной продукции (твердых, полутвердых, рассольных сыров и сырных продуктов)

7.2.1.1 В измельчающее устройство помещают сыр или сырный продукт, измельчают и тщательно перемешивают.

Допускается измельчать сыр или сырный продукт на металлической терке с мелкой перфорацией.

Измельченный сыр или сырный продукт массой 30,000 г переносят в фарфоровую ступку, постепенно добавляя дистиллированную воду, нагретую до (45 ± 5) °С, тщательно растирают пестиком и перемешивают в течение (20±5) мин. Полученную суспензию количественно переносят в стакан. Ступку и пестик несколько раз ополаскивают дистиллированной водой, сливая ее в тот же стакан. Общая масса используемой дистиллированной воды должна составлять 120,0 г.

Полученную суспензию фильтруют через шесть—восемь слоев марли.

7.2.1.2 Пробу готовят непосредственно перед определением.

После подготовки каждой пробы проводят очистку и мойку измельчающего устройства.

7.2.2 Подготовка пробы пастообразной молочной продукции (мягкие, рассольные сыры и сырные продукты)

7.2.2.1 Пастообразный сыр или сырный продукт массой 30,000 г помещают в фарфоровую ступку и тщательно растирают пестиком до однородной консистенции, постепенно добавляя дистиллированную воду, нагретую до температуры (45 ± 5) °С, тщательно растирают и перемешивают в течение (20 ± 5) мин.

Полученную суспензию количественно переносят в стакан. Ступку и пестик несколько раз ополаскивают дистиллированной водой, сливая ее в тот же стакан. Общая масса используемой дистиллированной воды должна составлять 120,0 г.

Полученную суспензию фильтруют через шесть—восемь слоев марли.

7.2.2.2 Пробу готовят непосредственно перед определением.

7.3 Подготовка пробы подсырной молочной сыворотки

В стакан вместимостью 100 $см^3$ наливают не менее 50 $см^3$ подсырной молочной сыворотки.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха..... от 20 °С до 30 °С;
- относительная влажность окружающего воздуха ..... от 50 % до 80 %;
- частота питающей сети.....от 49,5 до 50,5 Гц;
- напряжение питающей сети ..... от 198 до 244 В.

9 Проведение измерений

9.1 Проведение измерений в сырах и сырных продуктах

В стакан вместимостью 100 $см^3$ вносят не менее 50 $см^3$ полученной водной вытяжки сыра или сырного продукта.

Помещают датчик кондуктометра в стакан с водной вытяжкой сыра или сырного продукта, следя за тем, чтобы в раствор были погружены все отверстия электрода (датчика) прибора.

Включают кондуктометр и измеряют удельную электрическую проводимость водной вытяжки сыра или сырного продукта в режиме автоматической температурной компенсации. Результат измерений фиксируют, когда показания прибора за одну минуту изменяются не более чем на ± 0,2 мСм/см.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости.

После проведения измерений выключают прибор, датчик промывают дистиллированной водой и обсушивают фильтровальной бумагой.

9.2 Проведение измерений в подсырной молочной сыворотке

Помещают датчик кондуктометра в стакан с подсырной молочной сывороткой, следя за тем, чтобы в раствор были погружены все отверстия электрода (датчика) прибора.

Включают кондуктометр и измеряют удельную электрическую проводимость подсырной молочной сыворотки в режиме автоматической температурной компенсации. Результат измерений фиксируют, когда показания прибора за одну минуту изменяются не более чем на ± 0,2 мСм/см.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости.

После проведения измерений выключают прибор, датчик промывают дистиллированной водой и обсушивают фильтровальной бумагой.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Вычисление массовой доли хлористого натрия в сырах и сырных продуктах

Массовую долю хлористого натрия в сырах и сырных продуктах (твердых, полутвердых, мягких и рассольных) $X_с$, %, вычисляют по формуле

$$X_с = C_с \cdot 0{,}356 - 1{,}467, \quad (1)$$

где $C_с$ — удельная электропроводность водной вытяжки сыра или сырного продукта, мСм/см;

0,356 — коэффициент для выражения результатов измерения в виде процентного содержания хлористого натрия, см·%/мСм;

1,467 — поправочный коэффициент.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

10.2 Определение массовой доли хлористого натрия в подсырной молочной сыворотке

Определение массовой доли хлористого натрия в подсырной молочной сыворотке осуществляют, исходя из показаний кондуктометра-солемера, по градуировочным графикам, приведенным на рисунках 1—4.

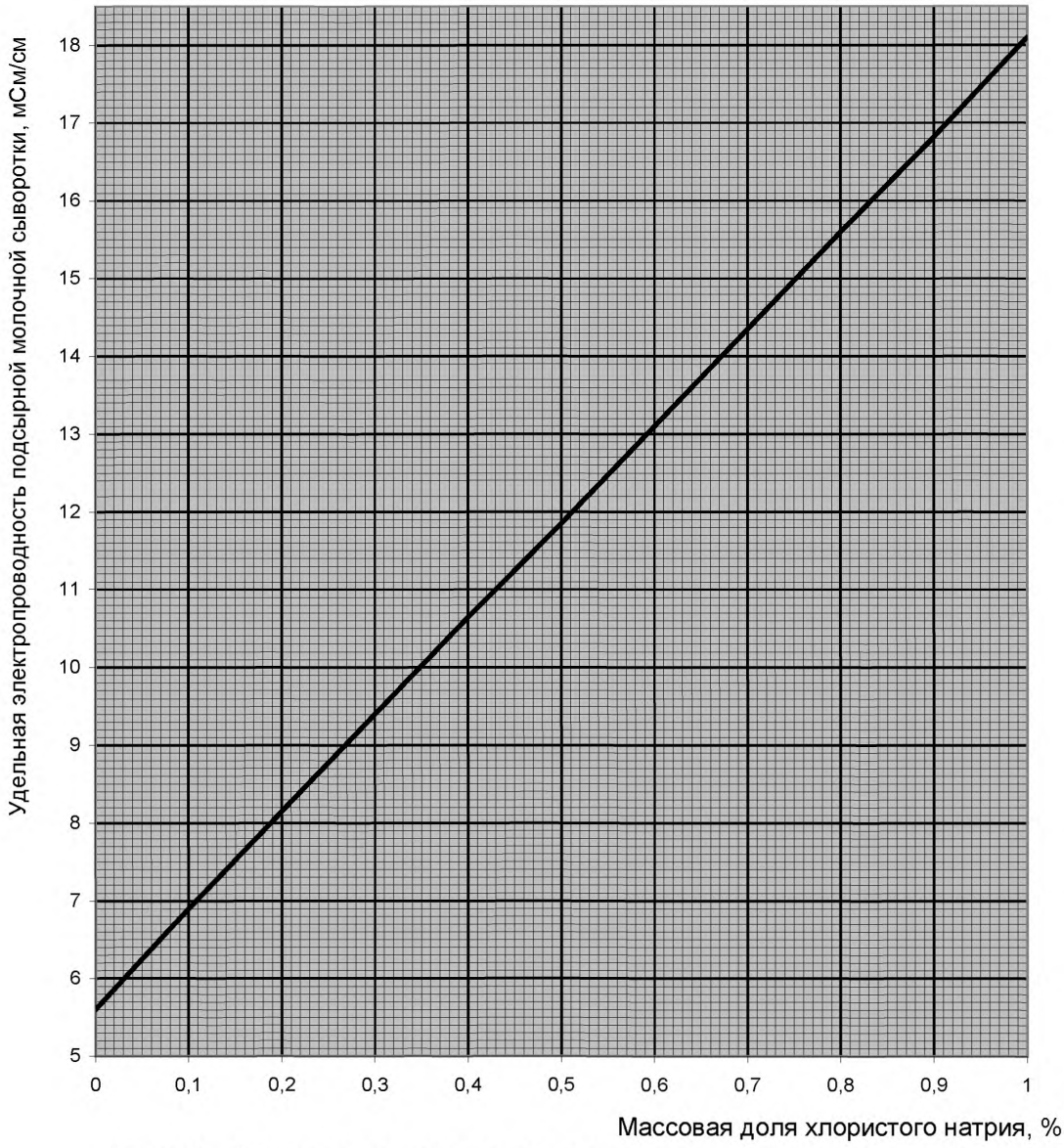


Рисунок 1 — Зависимость удельной электропроводности подсырной молочной сыворотки от массовой доли хлористого натрия в диапазоне от 0 % до 1 %

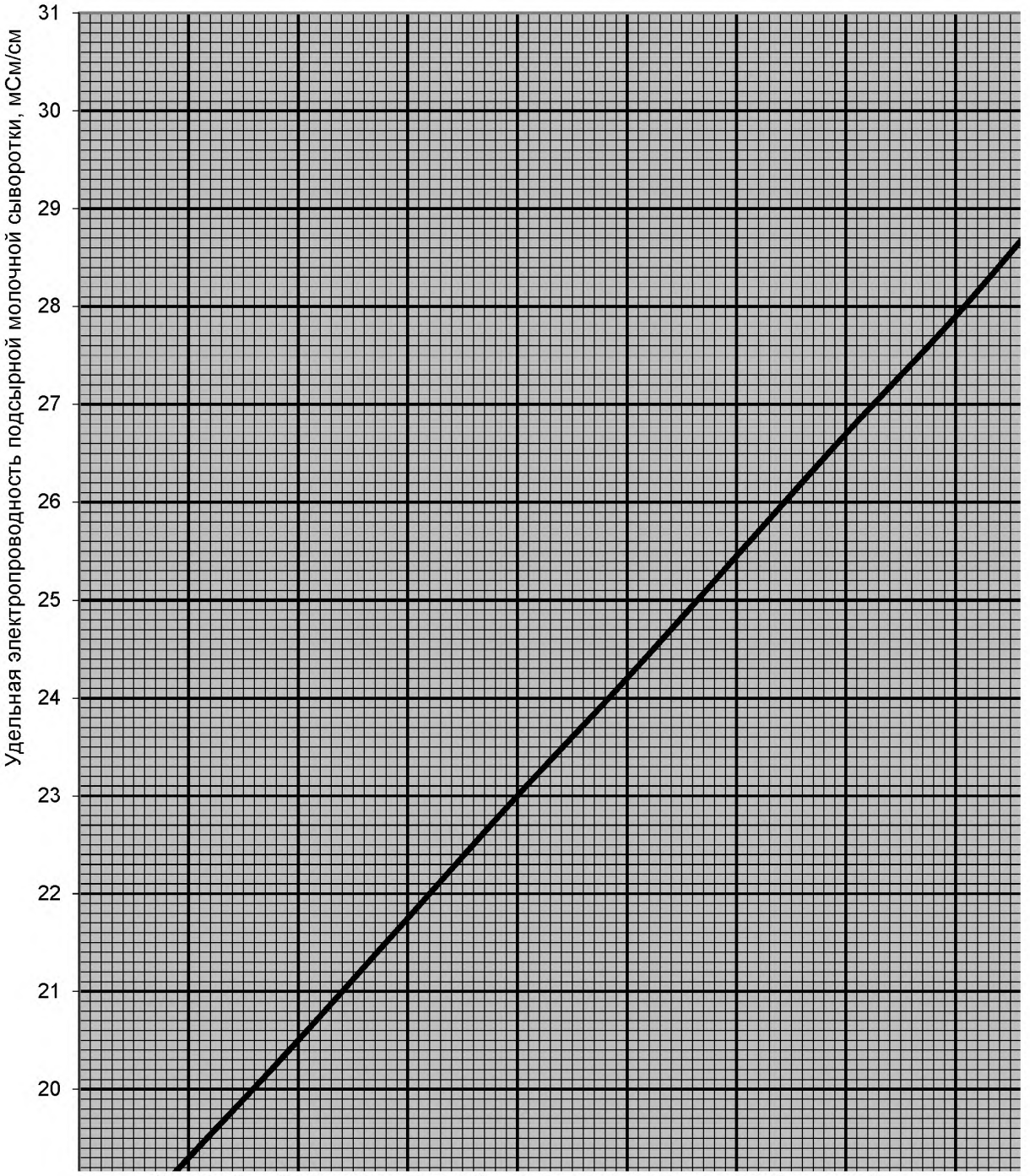


Рисунок 2 — Зависимость удельной электропроводности подсырной молочной сыворотки от массовой доли хлористого натрия в диапазоне 1 % —2 %

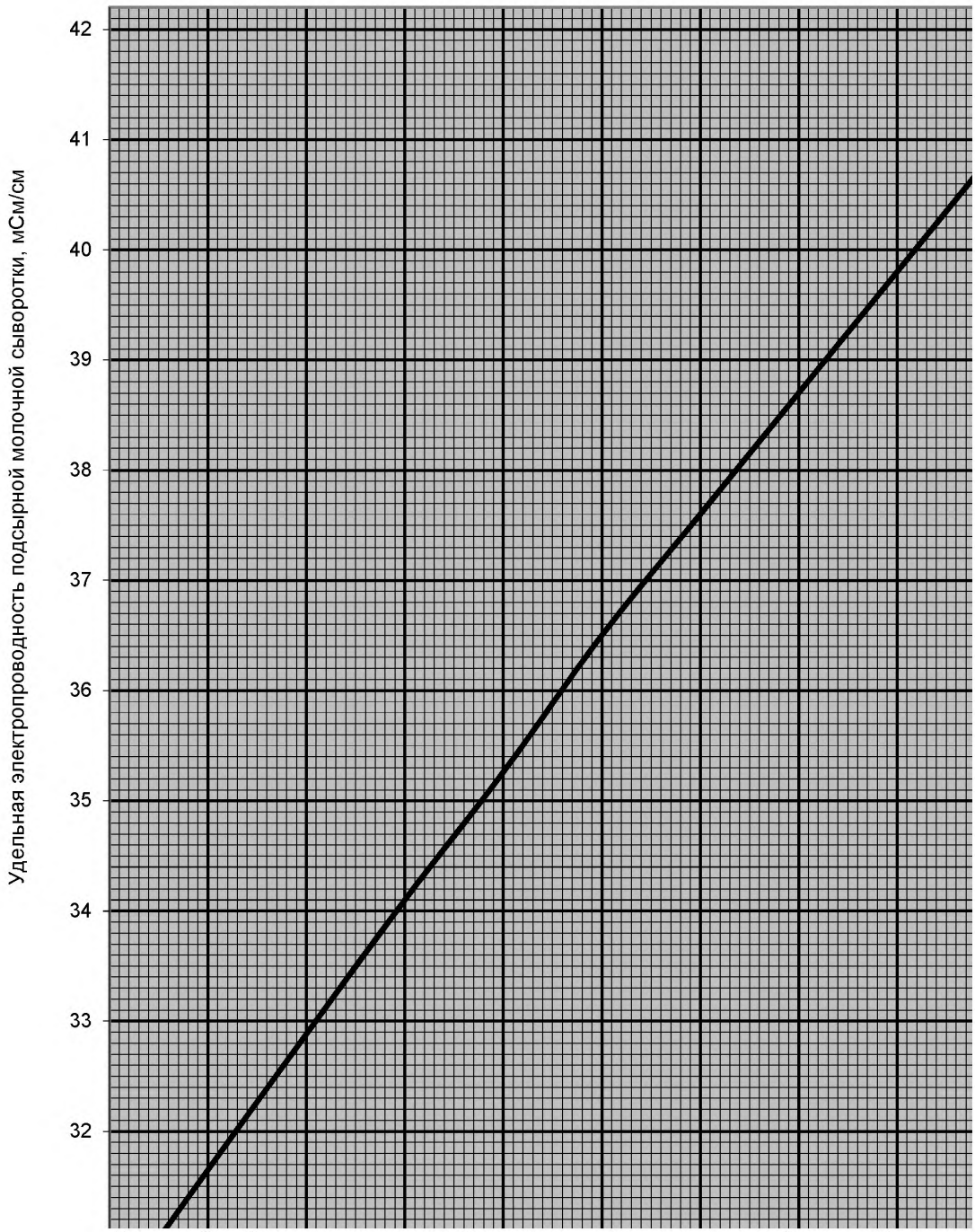


Рисунок 3 — Зависимость удельной электропроводности подсырной молочной сыворотки от массовой доли хлористого натрия в диапазоне 2 %—3 %

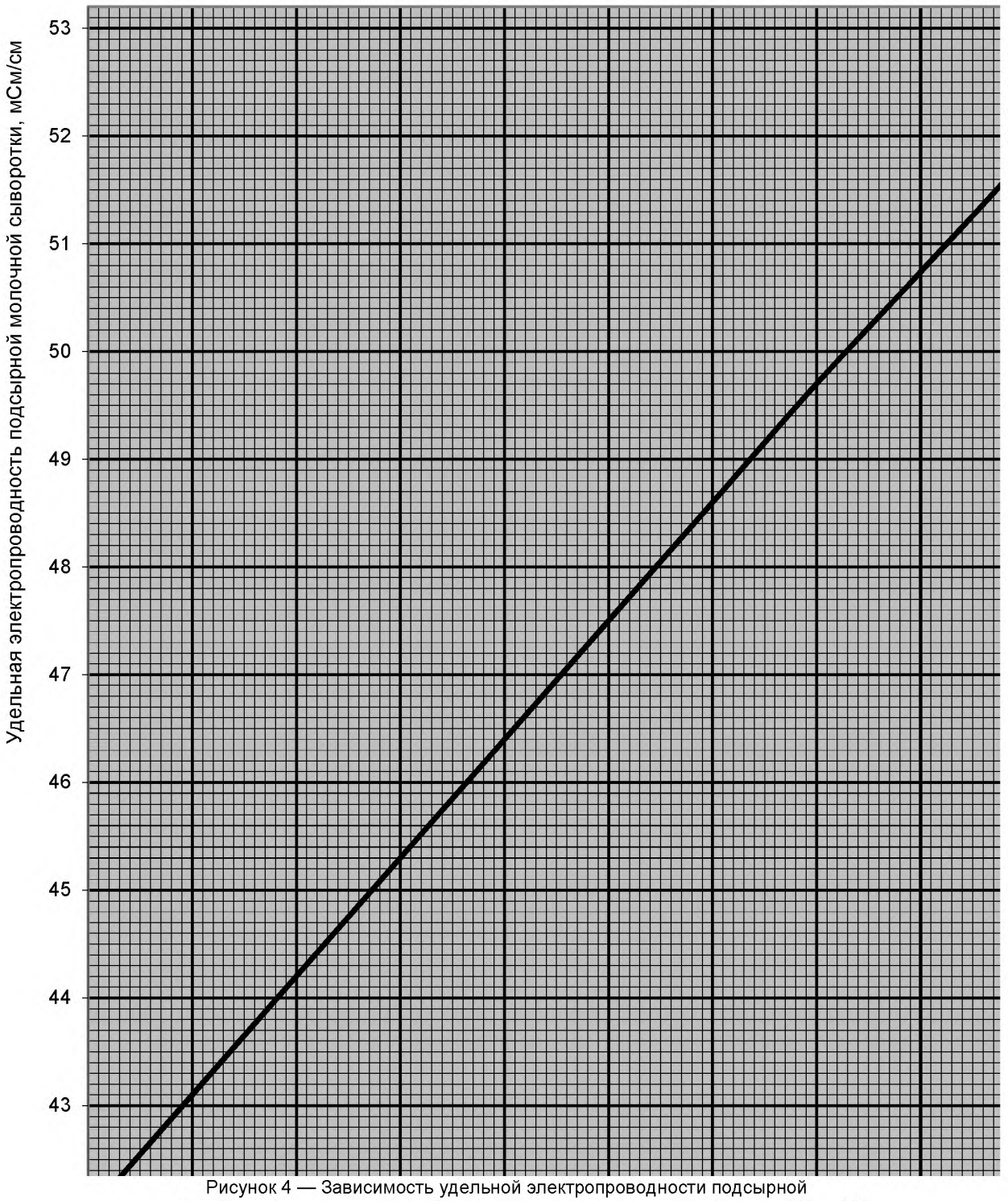


Рисунок 4 — Зависимость удельной электропроводности подсырной молочной сыворотки от массовой доли хлористого натрия в диапазоне 3 %— 4 %

10.3 Результаты определения массовой доли хлористого натрия, %, при записи в документах представляют в виде

$$(X \pm \Delta) \text{ при } P=0,95, \quad (2)$$

где
X — окончательный результат определения, %;
Δ — границы абсолютной погрешности измерений, %.

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности.

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли хлористого натрия в сыре, сырных продуктах и подсырной молочной сыворотке, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725−6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

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

где
X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли хлористого натрия в сыре, сырных продуктах и подсырной сыворотке, полученные в условиях повторяемости, %;
r — предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 1, %.

Если условие (3) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости с учетом требований ГОСТ ИСО 5725−6.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли хлористого натрия в сыре, сырных продуктах и подсырной молочной сыворотке, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725−6.

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

$$|X'_1 - X'_2| \le R, \quad (4)$$

где
X'_1, X'_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли хлористого натрия в сыре, сырных продуктах и подсырной молочной сыворотке, полученные в двух лабораториях, в условиях воспроизводимости, %;
R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1,%.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725−6

11.3 Метрологические характеристики погрешности и ее составляющих при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Наименование показателя	Диапазон измерений	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Точность (границы абсолютной погрешности) $\pm \Delta$
Массовая доля хлористого натрия в сырах и сырных продуктах	От 0,1 до 7,0 включ.	0,343	0,345	0,06
Массовая доля хлористого натрия в подсырной молочной сыворотке	Св. 0,0 до 1,0 включ.	0,136	0,136	0,10
	Св. 1,0 до 2,0 включ.	0,088	0,089	0,14
	Св. 2,0 до 3,0 включ.	0,146	0,147	0,31
	Св. 3,0 до 4,0 включ.	0,172	0,172	0,61

12 Требования безопасности

12.1 При работе с электроустановками требования безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.1.019.

12.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

12.3 Помещение 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.

Библиография

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

[2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции», принятый Решением Комиссии Таможенного союза № 880 от 9 декабря 2011 г.

УДК 637.3.07.(08):006.354 МКС 67.100.30
67.100.99

Ключевые слова: сыры, продукты сырные, водная вытяжка, подсырная молочная сыворотка, массовая доля хлористого натрия, кондуктометрический метод, удельная электропроводность, диапазон измерения, проверка приемлемости результатов измерений, повторяемость, воспроизводимость, метрологические характеристики погрешности

Редактор *М.Е. Никулина*

Корректор *Л.В. Коретникова*

Компьютерная верстка *Д. М. Кульчицкого*

Подписано в печать 18.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 42 экз. Зак. 4077.

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