МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
25101—
2015**

МОЛОКО

Метод определения точки замерзания

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности» (ФГБНУ «ВНИМИ»)

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 сентября 2015 г. № 80-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 12 октября 2015 г. № 1535-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 25101—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 25101—82

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МКС 67.100.10

Поправка к ГОСТ 25101—2015 Молоко. Метод определения точки замерзания

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

(ИУС № 7 2019 г.)

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

МОЛОКО

Метод определения точки замерзания

Milk. Method for determination of the freezing point

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сырое и питьевое молоко и устанавливает метод определения точки замерзания термисторным криоскопическим методом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ ISO 3696—2013* Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

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

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

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

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

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79*[4] 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 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

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

*[4] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

Издание официальное

ГОСТ 3624—92* Молоко и молочные продукты. Титриметрические методы определения кислотности

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

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

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 применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **точка замерзания молока:** Величина температуры, выраженная в градусах Цельсия, посредством которой определяют наличие посторонней воды в молоке.

4 Сущность метода

Метод основан на измерении понижения температуры замерзания исследуемого образца молока по отношению к чистому растворителю (воде).

Пробу молока переохлаждают до заданной температуры. Механической вибрацией вызывают кристаллизацию. При этом происходит немедленное выделение тепла, сопровождающееся нагревом пробы до температуры плато, которое достигается, когда повышение температуры не превышает 0,005 °С в течение предыдущих 20 с. Полученная таким образом температура соответствует точке замерзания испытуемой пробы.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 или весы по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, с пределом допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 мг.

Криоскоп термоэлектрический диапазоном измерения температуры от минус 0,950 °С до 0 °С, с погрешностью ±0,002 °С, с набором пробирок для проб.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (130 ± 2) °С.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

---

* Утратил силу на территории Российской Федерации кроме: масла сливочного, масляной пасты, их жировой фазы и плазмы. С 1 января 2013 г. пользоваться ГОСТ Р 54669—2011.

Утратил силу на территории Российской Федерации в части сливочного масла, жировой фазы и плазмы сливочного масла. С 1 января 2014 г. пользоваться ГОСТ Р 55361—2012.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Термометр лабораторный жидкостной диапазоном измерения от 0 °С до 200 °С ценой деления шкалы 1,0 °С по ГОСТ 28498.

Дозаторы механические переменного объема (0,02—1,00) $см^3$ с наконечниками.

Колба мерная 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-1-1-1 по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1-100 ТС, В-1-600 ТС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-230 по ГОСТ 25336.

Воронки В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Бутыль полиэтиленовая с завинчивающейся крышкой вместимостью 250 $см^3$.

Щипцы лабораторные.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч., тонкоизмельченный.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696, деионизированная, степень чистоты 2.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6 Отбор проб и подготовка их к анализу

Отбор проб и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.1, а также других нормативных документов, действующих на территории государств, принявших стандарт.

В случае если определение не может быть проведено сразу после отбора проб, их хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 48 ч.

При измерении температуры градуировочных растворов (7.2) и исследуемого продукта должны быть одинаковыми.

Одновременно с измерением точки замерзания определяют кислотность продукта (ГОСТ 3624), которая не должна превышать значения 21 °Т.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка натрия хлористого

Натрий хлористый высушивают при температуре (130 ± 2) °С в течение 24 ч и охлаждают в эксикаторе до температуры комнаты, в которой будут проводить взвешивание.

7.2 Подготовка воды для анализа

Непосредственно перед использованием деионизированную воду для анализа (ГОСТ ISO 3696) кипятят в течение 5 мин и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

7.3 Приготовление градуировочных растворов натрия хлористого

В стакане вместимостью 150 $см^3$ с точностью до 0,5 мг взвешивают соответствующее количество хлористого натрия (таблица 1), подготовленного по 7.1, и растворяют в небольшом количестве деионизированной воды (7.2). Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Объем раствора доводят деионизированной водой (7.2) до метки и аккуратно перемешивают.

Раствор хранят при температуре (6 ± 2) °С в хорошо закупоренных полиэтиленовых бутылях вместимостью 250 $см^3$ не более 2 мес.

Таблица 1

Количество натрия хлористого, г	Точка замерзания раствора, °С	Количество натрия хлористого, г	Точка замерзания раствора, °С
6,859	минус 0,408	8,646	минус 0,512
7,818	минус 0,464	8,811	минус 0,521

Окончание таблицы 1

Количество натрия хлористого, г	Точка замерзания раствора, °С	Количество натрия хлористого, г	Точка замерзания раствора, °С
8,149	минус 0,483	8,977	минус 0,531
8,314	минус 0,492	9,143	минус 0,541
8,480	минус 0,502	10,155	минус 0,600

7.4 Подготовка криоскопа к работе

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с прилагаемым к прибору руководством по эксплуатации. Проверяют положение измерительной головки криоскопа, настройки прибора, включают прибор в сеть и оставляют до достижения температуры охлаждающей камеры заданного значения, указанного в руководстве по эксплуатации.

7.5 Градуировка криоскопа

Прибор градуируют путем регулировки для получения правильных показаний для двух стандартных растворов хлорида натрия, используя процедуру, аналогичную процедуре для порций пробы молока.

Из таблицы 1 выбирают два градуировочных раствора хлорида натрия (7.3), точки замерзания которых близки к ожидаемой точке замерзания исследуемого продукта. Разница температур в точках замерзания двух растворов должна быть не менее 0,100 °С. При этом температура выбранных градуировочных растворов и испытуемой пробы продукта должна быть одинаковой.

В чистые сухие пробирки для проб, прилагаемые к криоскопу, помещают градуировочные растворы (7.3) в количестве, указанном в руководстве по эксплуатации криоскопа, и проводят градуировку в соответствии с руководством по эксплуатации. После этого криоскоп готов к работе.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . .(20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . .(55 ± 25) %;
- атмосферное давление . . . . . .(95 ± 10) кПа.

9 Проведение измерений

9.1 Перед каждой серией измерений определяют точку замерзания градуировочного раствора хлорида натрия (7.3) (например, раствора с точкой замерзания минус 0,521 °С), пока разница двух последовательных измерений не будет превышать 0,002 °С.

Если среднее арифметическое значение двух результатов измерений отличается от точки замерзания градуировочного раствора более чем на 0,002 °С, криоскоп градуируют повторно.

При непрерывной работе криоскопа проверку градуировки проводят не реже одного раза в час.

9.2 В чистую сухую пробирку для проб, прилагаемой к криоскопу, помещают пробу продукта в том же количестве, что и градуировочные растворы при проведении градуировки криоскопа (7.5).

Пробирку помещают в охлаждающую камеру криоскопа, опускают измерительную головку прибора и проводят измерение точки замерзания согласно руководству по эксплуатации. По окончании измерения с экрана криоскопа считывают показания точки замерзания молока.

После завершения измерения пробирку вынимают, термодатчик и иглу измерительной головки криоскопа ополаскивают дистиллированной водой и высушивают фильтровальной бумагой (достаточно промокнуть, не вытирать!).

9.3 В другую пробирку помещают новую порцию того же образца молока и проводят второе измерение точки замерзания. Измерения точки замерзания с новыми порциями исследуемого образца продукта проводят до тех пор, пока разница между двумя последовательными измерениями не будет превышать значения 0,004 °С.

При расхождении между двумя последующими измерениями более чем 0,004 °С заново проводят градуировку прибора.

9.4 Если происходит преждевременная кристаллизация анализируемой пробы продукта, оставшееся количество продукта нагревают в течение 5 мин при температуре (40 ± 2) °С до расплавления кристаллического жира. Затем пробу снова охлаждают до температуры лаборатории, в которой проводят измерения, и сразу же повторяют измерение точки замерзания.

Примечание — Интервал времени между началом кристаллизации и достижением плато, а также времени, в течение которого температура остается постоянной, могут различаться для разных проб молока и являются значительно более короткими для воды и градуировочных растворов хлористого натрия по сравнению с молоком.

10 Обработка результатов измерений

10.1 За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости (ГОСТ ИСО 5725-1, пункт 3.14), округленное до третьего десятичного знака, если соблюдается условие приемлемости (11.1).

10.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения точки замерзания молока при $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений точки замерзания, °С	Предел повторяемости, r, °С	Предел воспроизводимости, R, °С	Границы абсолютной погрешности, $\pm\Delta$, °С
От минус 0,600 до минус 0,400	0,004	0,007	0,005

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения точки замерзания молока, полученных в условиях повторяемости (два последовательных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (1)$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух последовательных определений точки замерзания молока, полученных в условиях повторяемости, °С;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 2, °С.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения точки замерзания молока, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

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

где X_1', X_2' — значения результатов двух определений точки замерзания молока, полученных в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, °С;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 2, °С.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

12 Оформление результатов

Результат определения точки замерзания молока представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

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

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух последовательных определений, °С;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, °С (см. таблицу 2).

13 Требования безопасности

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009.

14 Требования к оператору

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод и уложившийся в норматив проверки приемлемости результатов измерений при выполнении процедуры проверки приемлемости результатов измерений.

УДК 637.147.2:543.06:006.354 МКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко сырое, молоко питьевое, точка замерзания, криоскоп, термисторный криоскопический метод

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 29.08.2018. Подписано в печать 04.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru