МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 19182— 2014

ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ

Методы определения буферности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский и проектно-конструкторский институт по развитию и эксплуатации флота» (ОАО «Гипрорыбфлот»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45–2014)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июля 2014 г. № 830–ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19182—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 19182—89

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, 2015

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

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

ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ

Методы определения буферности

Preserved from fish. Methods of buffer value determination

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пресервы из неразделанной рыбы пряного и специального посолов, изготовленные из созревающей свежей (сырца), охлажденной или мороженой рыбы и устанавливает титриметрические методы с визуальной и потенциометрической индексацией конечной точки для определения буферности при оценке степени созревания рыбы.

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 метрологические характеристики. Методы их определения

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 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*[1]

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 OIMLR 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 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1–77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5860–75 Реактивы. Кислота аминоуксусная. Технические условия.

ГОСТ 5962–2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8756.0–70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию**

---

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

** Заменен на ГОСТ 26313-84 в части плодовоовощных консервированных продуктов; ГОСТ 26671-85 в части раздела 4 в части продуктов переработки плодов и овощей, консервов мясных и мясорастительных.

Издание официальное

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

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ ИСО/МЭК 17025 –2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОС Т 24363–80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. 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 применены термины по ГОСТ 30054 и следующий термин с соответствующим определением:

3.1 буферность пресервов из рыбы (buffer of preserved from fish): Показатель степени созревания пресервов из рыбы, определяемый измерением буферной емкости продуктов гидролитического расщепления белка.

[ГОСТ 30054–2003, статья 5]

4 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 8756.0.

5 Титриметрический метод с визуальной индикацией точки конца титрования

5.1 Сущность метода

Метод основан на измерении буферности (буферной емкости) продуктов расщепления белка, растворимых в воде и слабых солевых растворах, по количеству раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия необходимого для изменения pH водной вытяжки из рыбы от 8,2 до 9,8 ед. pH в присутствии индикаторов фенолфталеина и тимолфталеина.

5.2 Требования к средствам измерений, оборудованию, материалам и реактивам

Для проведения анализа используют:

- весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г;
- колбы мерные 1 – 100(200, 250, 1000) –2 по ГОСТ 1770;
- колбы конические Кн –1(2)–50(250) по ГОСТ 25336;
- бюретки I – 1(2, 3)–2–10 (25, 50)–0,05 (0,1) по ГОСТ 29251;
- пипетку градуированную 1–1–2–10 по ГОСТ 29227;
- капельницу по ГОСТ 25336;
- чашку выпарительную по ГОСТ 9147;

- воронку лабораторную В–25–38 ХС по ГОСТ 25336;
- палочки стеклянные с резиновыми наконечниками по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;
- баню водяную по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363;
- фенолфталеин, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 – по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- тимолфталеин, ч. д. а, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3– по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- глицин (аминоуксусная кислота, гликокол), ч. д. а, по ГОСТ 5860;
- натрий хлористый, х. ч., по ГОСТ 4233;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измеряемой температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.
- секундомер механический с 30-ти минутным счетчиком, с ценой деления 1 минута, и большая 60-ти секундная шкала, с помощью которой измеряют, интервал времени до 0,2 секунды;
- дистиллятор электрический производительностью 4±10 % л/ч;
- плитку электрическую по ГОСТ 14919;
- раствор серной или соляной кислоты молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 – готовят из стандарт–титров в соответствии с инструкцией;

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5.3 Приготовление растворов

5.3.1 Раствор гидроокиси натрия или гидроокиси калия с молярной концентрацией *c*(NaOH, KOH) = 0,1 моль/дм^3 – по ГОСТ 25794.1.

5.3.2 Раствор фенолфталеина с массовой концентрацией 10 г/дм^3 – по ГОСТ 4919.1.

5.3.3. Раствор тимолфталеина с массовой концентрацией 10 г/дм^3 – по ГОСТ 4919.1.

5.3.4. Срок хранения растворов – 12 мес при температуре (20 ± 5) ºС.

5.3.5 Приготовление основного раствора

(7,50 ± 0,01) г глицина и (5,88 ± 0,01) г хлористого натрия растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Основной раствор хранят в холодильнике при температуре от 2 °С до 5°С – не более 1 мес.

5.3.6 Приготовление раствора сравнения при титровании с фенолфталеином

В коническую колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 9,75 см^3 основного раствора, полученного по 5.3.4, и 0,25 см^3 раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, полученного по 5.3.1 (с учетом коэффициента поправки на точно 0,1 моль/дм^3 раствора, 0,25/К см^3) и прибавляют с помощью капельницы 3 капли спиртового раствора фенолфталеина, полученного по 5.3.2.

5.3.7 Приготовление раствора сравнения при титровании с тимолфталеином

В коническую колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 6,0 см^3 основного раствора, полученного по 5.3.4, и 4,0 см^3 раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, полученного по 5.3.1 (с учетом коэффициента поправки на точно 0,1моль/дм^3 раствора, 4/К см^3).

В другую коническую колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 3,0 см^3 полученного раствора, добавляют 7,0 см^3 дистиллированной воды и 10 капель спиртового раствора тимолфталеина, полученного по 5.3.3.

5.4 Проведение испытания

5.4.1 (20,0 ± 0,1) г подготовленной в соответствии с разделом 4 пробы помещают в выпарительную чашку, приливают от 5 до10 см^3 дистиллированной воды, тщательно растирают стеклянной палочкой с резиновым наконечником и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, смывая через воронку дистиллированной водой температурой от 40 °С до 70 °С.

Колбу доливают дистиллированной водой той же температуры до $^2/_3$ объема, хорошо перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане 10 мин. Колбу охлаждают до температуры (25 ± 5) °С, содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой той же температуры, хорошо перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр в коническую колбу вместимостью 250 см^3.

5.4.2 В четыре конические колбы вместимостью по 50 см^3 каждая вносят по 10 см^3 фильтрата, полученного по 5.4.1. Для титрования фильтрата и приготовления растворов сравнения используют колбы одной вместимости, формы и цвета.

5.4.3 В две колбы добавляют по 3 капли спиртового раствора фенолфталеина массовой концентрации 10 г/дм^3 и титруют раствором гидроокиси натрия или калия, полученного по 5.3.1 до слабо–розовой окраски, соответствующей цвету раствора сравнения, полученного по 5.3.6. Отмечают объем раствора гидроокиси натрия или калия, израсходованный при каждом титровании.

Результаты признают приемлемыми, если расхождение между объемами не превышает 0,1 см^3. В этом случае находят среднеарифметическое полученных значений (V_1), которое используют при расчетах по формуле (1). При невыполнении этого условия находят причины нестабильности результатов, после чего титрование повторяют.

5.4.4 В две другие колбы добавляют по 10 капель спиртового раствора тимолфталеина массовой концентрации 10 г/дм^3 и титруют тем же раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия до ярко–голубой окраски, соответствующей цвету раствора сравнения, полученного по 5.3.7. Отмечают объем раствора гидроокиси натрия или калия, израсходованный при каждом титровании.

Результаты признают приемлемыми, если расхождение между объемами не превышает 0,1 см^3. В этом случае находят среднеарифметическое полученных значений (V_2), которое используют при расчетах по формуле (1). При невыполнении этого условия находят причины нестабильности результатов, после чего титрование повторяют.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Буферность X, град, вычисляют по формуле

$$X = (V_2 - V_1) \cdot K \cdot 100, \qquad (1)$$

где V_1 – объем раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия с молярной концентрацией c(NaOH, KOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование с фенолфталеином (среднеарифметическое значение результатов двух параллельных титрований по 5.4.3), см^3;

V_2 – объем раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия с молярной концентрацией c(NaOH, KOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование с тимолфталеином (среднеарифметическое значение результатов двух параллельных титрований по 5.4.4), см^3;

K – коэффициент поправки на точно раствор гидроокиси натрия или гидроокиси калия с молярной концентрацией c(NaOH, KOH) = 0,1 моль/ дм^3 (по 5.5.2);

100 – условный коэффициент, принятый для пересчета в градусы.

5.5.2 Определение коэффициента поправки (K) на точно 0,1 моль/ дм^3 раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия по ГОСТ 25794.1 с использованием раствора соляной или серной кислоты по 5.3.8.

5.5.3 За результат определения буферности принимают результат, полученный по формуле (1) при положительных результатах проверки приемлемости по 5.4.3 и 5.4.4.

5.6 Оформление результатов испытаний

Результат определения буферности, полученный по 5.5.3, округляют до целого числа.

6 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией точки конца титрования

6.1 Сущность метода

Метод основан на измерении буферности (буферной емкости) продуктов расщепления белка, растворимых в воде и слабых солевых растворах, по количеству раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия необходимого для изменения pH водной вытяжки из рыбы от 8,2 до 9,8 ед. pH в присутствии двух электродов (стеклянного и электрода сравнения).

6.2 Требования к средствам измерений, оборудованию, материалам и реактивам

Для проведения анализа используют:

- весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г;
- колбы мерные 1– 100(200, 250, 1000) –2 по ГОСТ 1770;
- колбы конические Кн –1 (2) –250 по ГОСТ 25336;
- бюретки I – 1(2, 3) – 2 – 10 (25, 50) – 0,05 (0,1) по ГОСТ 29251;
- пипетку градуированную 1–1–2–10 по ГОСТ 29227;
- чашку выпарительную по ГОСТ 9147;
- воронку лабораторную В – 25 – 38 ХС по ГОСТ 25336;
- палочки стеклянные с резиновыми наконечниками по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;
- баню водяную по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с молярной концентрацией c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с молярной концентрацией c(KOH) = 0,1 моль/дм^3;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измеряемой температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.
- pH – метр– милливольтметр с диапазоном измерений от минус 1 ед. pH до 14 ед. pH абсолютная погрешность измерений ± 0,1 pH;
- секундомер механический с 30-ти минутным счетчиком, с ценой деления 1 минута, и большая 60-ти секундная шкала, с помощью которой измеряют, интервал времени до 0,2 секунды;
- дистиллятор электрический производительностью 4±10 % л/ч;
- стакан химический вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336;
- мешалку электромагнитную или механическую, обеспечивающую перемешивание со скоростью вращения до 1000 об/мин, изготовленную из материалов химически устойчивым к кислотам и щелочам.

Для приготовления буферных растворов используют стандарт-титры по ГОСТ 8.135.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6.3 Приготовление растворов

Раствор гидроокиси натрия или гидроокиси калия с молярной концентрацией c(NaOH, KOH) = 0,1 моль/дм^3 – по 5.3.1.

6.4 Проведение испытания

6.4.1 Подготовка пробы к испытаниям – по 5.4.1.

6.4.2 С помощью буферных растворов, приготовленных из стандарт-титров, проверяют правильность показаний pH–метра в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.4.3 В стакан вместимостью 50 см^3 отбирают пипеткой 10 см^3 фильтрата, приготовленного по 4.4.1, и при непрерывном перемешивании титруют с помощью бюретки раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия с молярной концентрацией c(NaOH, KOH) = 0,1 моль/дм^3 до 8,2 ед. pH. Отмечают объем используемого на титрование раствора. Постепенно добавляют с помощью бюретки раствор гидроокиси натрия или гидроокиси калия до 9,8 ед.pH и снова отмечают объем используемого на титрование гидроокиси натрия или калия.

6.4.4 Повторяют операции по 6.4.3 с новой порцией фильтрата, приготовленного по 5.4.1.

Титрование анализируемого раствора идет до показаний прибора 8,2 ед. pH и 9,8 ед. pH при этом измеряемыми величинами являются объемы щелочи, израсходованные на титрование см. п.6.4.3. С учетом этих объемов в дальнейшем идет расчет буферности по формуле 2 п. 6.5.1.

6.4.5 Находят расхождение значений объемов, пошедших на титрование первой и второй порций фильтрата до заданных значений pH (8,2 и 9,8 ед.pH). Результаты титрования признают приемлемыми, если расхождение значений объемов, пошедших на титрование по 6.4.3 и 6.4.4 до каждого из указанных значений pH различаются между собой не более, чем на 0,1 см^3. В этом случае вычисляют средние арифметические значения объемов (V_1, см^3 и V_2, см^3), израсходованных при титрова-

нии до значений 8,2 и 9,8 ед.pH соответственно. При невыполнении этих условий находят причины нестабильности результатов, после чего титрование повторяют.

6.5 Обработка результатов

6.5.1 Вычисление буферности - по 5.5.1 с использованием значения объемов V_1 и V_2 по 6.4.5.
6.5.2 Результат определения буферности – по 5.5.3.

6.6 Оформление результатов

Оформление результатов – по 5.6.

7 Протокол испытания

Протокол испытаний – по ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

8 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

При выполнении испытаний в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающего воздуха..... (20 ± 5) °С;
- влажность воздуха, не более ..... 80 %;
- напряжение в сети ..... (220 ± 22) В;
- частота переменного тока в сети питания ..... (50 ± 1) Гц.

9 Требования безопасности

9.1 При работе с электроприборами электробезопасность должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

9.2 Помещение, в котором проводятся работы, 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.

9.3 При подготовке и проведении определений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

УДК 334.951.001:006.354 МКС 67.120.30

Ключевые слова: пресервы, рыба, методы определения, буферность, отбор проб, сущность метода, проведение испытания, обработка результатов, протокол испытания, требования безопасности

Подписано в печать 16.03.2015. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 509

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