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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31978— 2012

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Метод измерения активной кислотности

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 Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 3 декабря 2012 г. № 54-П)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1784-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31978—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе применения ГОСТ Р 51467—99*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2018 г.

---

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1784-ст ГОСТ Р 51467—99 отменен.

*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

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

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Метод измерения активной кислотности

Caseins and caseinates. Method for determination of pH

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на казеины и казеинаты и устанавливает потенциометрический метод измерения активной кислотности в водных экстрактах казеинов и водных растворах казеинатов.

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

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

ГОСТ ISO 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 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. 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.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144.

Издание официальное

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

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

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 **активная кислотность:** Концентрация свободных ионов водорода, находящихся в растворе, выраженная в единицах pH.

4 Сущность метода

Метод основан на определении активности ионов водорода с помощью потенциометрического анализатора.

5 Отбор проб исследуемого продукта

Отбор проб и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809.

6 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.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Анализатор потенциометрический (или pH-метр) с диапазоном измерения от 1 до 14 pH и допускаемой абсолютной погрешностью ±0,05 pH.

Весы лабораторные по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, с пределом допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 г.

Термометр лабораторный жидкостный, с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1,0 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Колбы 1-1000-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Воронки В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-100-29/32 ТС, Кн-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-50 ТС, В-2-50 ТС по ГОСТ 25336.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги.

Миксер со стаканом вместимостью 250 $см^3$.

Сито из проволочной сетки диаметром 200 мм размером стороны ячейки 500 мкм.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Шпатель металлический.

Стандарт-титры 2-го разряда по ГОСТ 8.135 для приготовления образцовых буферных растворов с номинальными значениями 4,5; 7,0 и 9,0 pH.

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 и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка проб

8.1.1 В колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают (50 ± 1) г казеина или казеината, закрывают колбу пробкой и перемешивают образец десятикратным переворачиванием и встряхиванием колбы.

8.1.2 Тщательно перемешанную пробу просеивают на лабораторном сите.

8.1.3 Если 50 г пробы полностью просеивается через сито, то проба пригодна для дальнейшего определения.

8.1.4 Если проба частично или полностью не проходит через сито, то (50 ± 1) г пробы измельчают на измельчающем устройстве. Затем пробу полностью просеивают, переносят в колбу вместимостью 250 $см^3$, закрывают пробкой и тщательно перемешивают десятикратным переворачиванием колбы. При подготовке пробы к определению необходимо исключить попадание влаги в пробу.

8.2 Приготовление экстрактов казеинов и растворов казеинатов

8.2.1 Казеины

В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают (5,0 ± 0,1) г казеина по 8.1, добавляют 30 $см^3$ дистиллированной воды температурой (20 ± 2) °С и закрывают колбу пробкой. Колбу встряхивают в течение (10 ± 2) с и оставляют в покое на (20 ± 1) мин при температуре (20 ± 2) °С.

8.2.2 Казеинаты

В стакан миксера наливают 95 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют (5,0 ± 0,1) г казеината по 8.1 и перемешивают в течение (30 ± 2) с при температуре (20 ± 2) °С.

8.3 Приготовление буферных растворов

Буферные растворы для pH-метрии готовят из фиксаналов в соответствии с требованиями ГОСТ 8.135.

Растворы хранят при температуре (20 ± 2) °С в течение месяца.

8.4 Настройка потенциометрического анализатора (pH-метра)

pH-метр настраивают в соответствии с инструкцией по эксплуатации, прилагаемой к прибору.

Если анализируют серии образцов, то настройку pH-метра проводят одним или более стандартными буферными растворами каждые 30 мин.

При однократных измерениях с периодичностью более 30 мин настройку pH-метра проводят непосредственно перед измерением.

9 Проведение измерений

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

9.2 Из колбы с экстрактом казеина осторожно сливают надосадочную жидкость в стакан вместимостью 50 $см^3$ и погружают электроды потенциометрического анализатора (или pH-метра). Электроды не должны касаться стенок и дна стакана. Немедленно измеряют активную кислотность с отсчетом результата измерений до 0,05 pH.

9.3 Из стакана миксера с раствором казеината наливают 20 см^3 раствора в стакан вместимостью 50 см^3 и погружают электроды потенциометрического анализатора. Электроды не должны касаться стенок и дна стакана. Немедленно измеряют активную кислотность с отсчетом результата измерений до 0,05 pH.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Проводят два параллельных измерения. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости по разделу 11.

10.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения активной кислотности при P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование продукта	Диапазон измерений активной кислотности, pH	Предел повторяемости r, pH	Предел воспроизводимости R, pH	Границы абсолютной погрешности ±Δ, pH
Казеин сычужный	От 5,0 до 8,0 включ.	0,10	0,20	0,15
Казеин кислотный	От 3,0 до 6,0 включ.	0,10	0,20	0,15
Казеинат	От 5,5 до 7,0 включ.	0,05	0,15	0,10

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений активной кислотности в исследуемых продуктах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ISO 5725-6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

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

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 1, pH.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 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 активной кислотности в исследуемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m = 2), проводят с учетом требований ГОСТ ISO 5725-6.

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

$$|X'_1 - X'_2| \le R,$$

где X'_1, X'_2 — значения двух измерений активной кислотности в исследуемых продуктах, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, pH;

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

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-6.

12 Оформление результатов

Результат измерения активной кислотности в исследуемых продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде

$$X_{ср} \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, pH;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, pH (таблица 1).

13 Требования, обеспечивающие безопасность

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.

УДК 637.147.2:543.06:005.354 МКС 67.100.10

Ключевые слова: казеин, казеинаты, активная кислотность, pH-метр, буферные растворы, активность ионов, условия проведения измерений, отбор проб, обработка результатов измерений, оформление результатов

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.09.2018. Подписано в печать 17.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru