ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55331— 2012

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Титриметрический метод определения содержания кальция

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности Россельхозакадемии (ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1653-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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.ru)

© Стандартинформ, 2013

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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы 2
6 Отбор проб 3
7 Подготовка к выполнению измерений 3
8 Условия проведения измерений 4
9 Проведение измерений 4
10 Обработка результатов измерений 5
11 Контроль точности результатов измерений 5
12 Оформление результатов измерений 6
13 Требования безопасности 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Титриметрический метод определения содержания кальция

Milk and milk products. Titrimetric method of calcium content determination

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко (сырое, питьевое, молочный напиток) и молочные продукты (далее — продукты) и устанавливает титриметрический метод определения содержания кальция.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ Р 52738—2007 Молоко и продукты переработки молока. Термины и определения

ГОСТ Р 53228—2008 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 12.4.009—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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5712—78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13928—84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу

Издание официальное

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

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

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) 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 заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется принять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, установленные нормативным правовым актом Российской Федерации [1], ГОСТ Р 52738.

4 Сущность метода

Метод основан на осаждении кальция оксалатом аммония в фильтрате, полученном после осаждения белков молока трихлоруксусной кислотой, и последующим титриметрическим определением массовой доли кальция.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 2 мг.

Весы со значением СКО, не превышающим 0,3 мг, и с погрешностью от нелинейности ± 0,6 мг по документации изготовителя.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

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

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры от 0 °С до 100 °С с допустимой погрешностью ± 2 °С.

Центрифуга, обеспечивающая 1400 об./мин.

Бюретки 1-1-1-2-0,01 по ГОСТ 29251.

Колбы мерные 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки исполнения 1-1-2-5, 1-1-2-10, 1-2-2-20 по ГОСТ 29227.

Пробирки П-1-25-0,2 ХС по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250-24/29 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-50, В-1-500 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Устройство отсасывающее — баллон (груша), соединенный с пипеткой.

Бумага фильтровальная обеззоленная ФМ-I по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные оплавленные.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, насыщенный раствор, охлажденный.

Калий марганцовокислый стандарт-титр для приготовления раствора молярной концентрации c ($KMnO_4$) = 0,02 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота трихлоруксусная, растворы массовой концентрации 120 и 200 г/дм^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор объемной долей 20 %.

Метиловый красный, спиртовой раствор массовой концентрации 0,5 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый объемной долей 96 %.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 26809 со следующим дополнением.

В случае если анализ не может быть проведен сразу после отбора проб, их хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С — не более 1 сут.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Подготовка проб для анализа

Анализируемую пробу продукта переносят в стакан вместимостью 500 см^3, нагревают до температуры (20 ± 2) °С и аккуратно перемешивают. Если молоко негомогенизированное, пробу медленно нагревают до температуры (40 ± 2) °С, аккуратно перемешивают и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

7.2 Приготовление раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 200 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (20,00 ± 0,01) г трихлоруксусной кислоты, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С в бутыли из темного стекла — не более 1 мес.

7.3 Приготовление раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 120 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (12,00 ± 0,01) г трихлоруксусной кислоты, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С в бутыли из темного стекла — не более 1 мес.

7.4 Приготовление насыщенного раствора аммония щавелевокислого

Раствор готовят непосредственно перед проведением измерения. В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают (34,60 ± 0,01) г щавелевокислого аммония, добавляют 100 см^3 кипящей дистиллированной воды и аккуратно перемешивают. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

7.5 Приготовление спиртового раствора метилового красного массовой концентрации 0,5 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (0,050 ± 0,001) г метилового красного, растворяют в небольшом количестве этилового спирта (96 % по объему). Объем раствора доводят этиловым спиртом до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С в темном месте в склянке из темного стекла — не более 3 мес.

7.6 Приготовление раствора уксусной кислоты объемной долей 20 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 20 см^3 концентрированной уксусной кислоты. Растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

7.7 Приготовление раствора аммиака (I)

Смешивают объемы раствора аммиака массовой долей 25 % и дистиллированной воды в соотношении 1:1.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

7.8 Приготовление раствора аммиака (II)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 2 см^3 раствора аммиака массовой долей 25 %. Растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

7.9 Приготовление раствора серной кислоты

Мерным цилиндром отмеривают 20 см^3 концентрированной серной кислоты и осторожно, небольшими порциями, приливают к 80 см^3 дистиллированной воды. После охлаждения раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С в темном месте в склянке из темного стекла — не более 3 мес.

7.10 Приготовление раствора калия марганцовокислого молярной концентрации c ($KMnO_4$) = 0,02 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра согласно прилагаемой к нему методики.

Следует избегать соприкосновения раствора марганцовокислого калия с резиновыми трубками или пробками.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С в темном месте в склянке из темного стекла с пришлифованной пробкой — не более 1 мес.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %;
- атмосферное давление . . . . . (96 ± 10) кПа;
- частота переменного тока . . . . . (50 ± 5) Гц;
- напряжение в сети . . . . . (220 ± 10) В.

9 Проведение измерений

9.1 В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают (20,00 ± 0,01) г анализируемого продукта. Постепенно добавляют раствор трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 200 г/дм^3 (7.2), постоянно помешивая и доводя объем раствора до метки. Сильно встряхивают несколько секунд и оставляют при комнатной температуре на (30 ± 1) мин.

Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр, фильтрат должен быть прозрачным.

9.2 В центрифужную пробирку помещают 5 см^3 фильтрата, приготовленного по 9.1, приливают 5 см^3 раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 120 г/дм^3 (7.3), 2 см^3 насыщенного раствора щавелевокислого аммония (7.4), 2 капли спиртового раствора метилового красного (7.5) и 2 см^3 раствора уксусной кислоты (7.6). Смесь тщательно перемешивают аккуратным встряхиванием.

9.3 В раствор по 9.2 постепенно каплями добавляют раствор аммиака (I) (7.7) до появления светло-желтого окрашивания. Затем добавляют несколько капель раствора уксусной кислоты (7.6) до появления розового окрашивания и оставляют раствор на 4 ч при комнатной температуре.

9.4 В раствор (по 9.3) добавляют 20 см^3 дистиллированной воды и центрифугируют при 1400 об./мин в течение 10 мин. Прозрачную надосадочную жидкость удаляют пипеткой, соединенной с грушей.

Стараясь не задеть осадок кальция щавелевокислого, ополаскивают стенки центрифужной пробирки 5 см^3 раствора аммиака (II) (7.8). Центрифугируют при 1400 об./мин в течение 5 мин и также удаляют надосадочную жидкость. Эту процедуру проводят дважды.

9.5 В пробирку с осадком щавелевокислого кальция добавляют 2 см^3 раствора серной кислоты (7.9) и 5 см^3 дистиллированной воды.

Пробирку помещают в кипящую водяную баню. Когда осадок щавелевокислого кальция полностью растворится, проводят титрование раствором калия марганцовокислого молярной концентрации 0,02 моль/дм^3 (7.10) до появления розового окрашивания. При титровании температура раствора должна оставаться около (58 ± 2) °С.

Объем раствора калия марганцовокислого, пошедшего на титрование, записывают с точностью до 0,01 см^3.

9.6 Контрольная проба

Параллельно проводят контрольный опыт, используя вместо анализируемой пробы 20 см^3 дистиллированной воды.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массовую долю кальция в продукте X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}004\,(V - V_0)f}{m}\,100, \qquad (1)$$

где 0,004 — количество кальция, соответствующее 1 см^3 раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, г/см^3;

V — объем раствора калия марганцовокислого молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, пошедшего на титрование анализируемой пробы продукта, см^3;

V_0 — объем раствора калия марганцовокислого молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, пошедшего на титрование контрольной пробы, см^3;

f — поправочный коэффициент на объем осадка, полученного при осаждении трихлоруксусной кислоты (таблица 1);

m — масса анализируемой пробы продукта, г;

100 — коэффициент перевода полученного значения в проценты.

10.2 Поправочный коэффициент на объем осадка, полученного при осаждении трихлоруксусной кислоты, представлен в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля жира в продукте, %	Поправочный коэффициент f
Менее 0,1	0,989
От 0,1 до 1,4 включ.	0,985
От 1,5 до 2,4 включ.	0,980
От 2,5 до 3,4 включ.	0,976
От 3,5 до 6,0 включ.	0,972

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до третьего десятичного знака.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода определения массовой доли кальция

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания кальция при P = 0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли кальция, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, %
0,100—1,500	0,003	0,007	0,005

11.2 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли кальция в анализируемой пробе продукта, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты определений считаются приемлемыми при условии:

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

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли кальция в анализируемом продукте, полученные в условиях повторяемости, %;

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

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

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

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения массовой доли кальция в анализируемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

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

$$|X_1' - X_2'| \le R,$$

где X_1', X_2' — значения результатов двух определений массовой доли кальция в анализируемой пробе продукта, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, %;

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

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

12 Оформление результатов измерений

Результат определения массовой доли кальция в анализируемой пробе продукта представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

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

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, % (таблица 2).

13 Требования безопасности

13.1 При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;

- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007;

- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с требованиями ГОСТ Р 12.1.019.

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

13.2 Требования к оператору

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

Библиография

[1] Федеральный закон № 88-ФЗ от 12 июня 2008 г. «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (с изменением)

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 ОКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, содержание, титриметрический метод, термины и определения, сущность метода, отбор проб, подготовка к проведению измерений, обработка результатов измерений, массовая доля кальция, контроль точности результатов измерений, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности, оформление результатов, требования безопасности

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 14.10.2013. Подписано в печать 22.10.2013. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 148 экз. Зак. 1204.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru