ГОСТ 30305.3—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ СГУЩЕННЫЕ И ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ СУХИЕ

Титриметрические методики выполнения измерений кислотности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности

ПРЕДСТАВЛЕН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МТК 186 «Молоко и молочные продукты»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12 октября 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации 11 апреля 1996 г. № 247 ГОСТ 30305.3—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с датой введения с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 8764—73 в части раздела 10

5 ИЗДАНИЕ (июль 2009 г.) с Поправкой (ИУС 8—2009)

© ИПК Издательство стандартов, 1995
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНСЕРВЫ МОЛОЧНЫЕ СГУЩЕННЫЕ И ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ СУХИЕ

Титриметрические методики выполнения измерений кислотности

Condensed preserved and dry milk products.
Procedures of measurement of titrimetric acidity

Дата введения 1997—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сгущенные молочные, молокосодержащие* консервы и сухие молочные продукты и устанавливает титриметрические методики измерения кислотности с использованием:

- потенциометрического анализатора;
- индикаторы фенолфталеина.

Методики основаны на методе нейтрализации кислот раствором гидроокиси натрия с применением в качестве индикатора потенциометрического анализатора или раствора фенолфталеина.

Кислотность молочных консервов выражают в градусах Тернера.

Под градусом Тернера (°Т) понимают объем в кубических сантиметрах водного раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 г/моль/дм^3, затраченный на нейтрализацию 100 г неразведенных сгущенных молочных консервов или 100 см^3 восстановленных сухих продуктов.

(Поправка).

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 1341—97 Пергамент растительный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4462—78 Реактивы. Кобальт (II) сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 5962—67** Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 19881—74 Анализаторы потенциометрические для контроля pH молока и молочных продуктов. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88*** Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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 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 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

СТ СЭВ 543—77 Числа. Правила записи и округления

* Действует только на территории Российской Федерации.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

*** С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

3 Методы отбора проб

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

4 Методика выполнения измерений кислотности с применением потенциометрического анализатора (арбитражная)

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Анализатор потенциометрический диапазоном измерений 0—12 ед. pH, с ценой деления 0,05 ед. pH по ГОСТ 19881.

Блок автоматического титрования, аппаратурно совместимый с потенциометрическим титратором и имеющий дозатор раствора (бюретку) вместимостью не менее 5 $см^3$ и ценой деления не более 0,05 $см^3$.

Термометр жидкостный диапазоном измерения 0—100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные исполнения 1, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 1 $дм^3$ по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн, исполнения 2, номинальной вместимостью 100, 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканы вместимостью 100, 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнения 4, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 1, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29277.

Цилиндры исполнения 1, вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Воронки стеклянные лабораторные, диаметром 75 см по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные длиной 10—15 см.

Натрия гидроокись, стандарт-титр по НД [1], раствор концентрации 0,1 моль/$дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

4.2 Подготовка к измерению

4.2.1 Стандарт-титр гидроокиси натрия растворяют в воде согласно прилагаемой инструкции к стандарт-титру.

4.2.2 Подключают блок автоматического титрования к анализатору согласно инструкции, прилагаемой к блоку. Затем подключают блок и анализатор к сети и прогревают их в течение 10 мин.

Заполняют дозатор блока автоматического титрования раствором щелочи.

Согласно инструкции, прилагаемой к потенциометрическому анализатору, настраивают его на диапазон измерения pH, который включает pH = 8,7 (или 9,0).

Согласно инструкции, прилагаемой к блоку автоматического титрования, настраивают его на точку эквивалентности, равную 8,7 ед. pH (или 9,0 ед. pH), и устанавливают на блоке значение pH = 4,0, начиная с которого подача гидроокиси натрия должна вестись по каплям.

Устанавливают время выдержки после окончания титрования, равное 30 с.

4.3 Проведение измерений

4.3.1 Проводят параллельно два измерения.

4.3.2 Дозировку продуктов и воды, а также коэффициент пересчета объема гидроокиси натрия в градусы Тернера при обработке результатов измерений проводят в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Виды, наименование продукта	Масса, г	Объем, $см^3$					Коэффициент пересчета объема гидроокиси натрия в градусы Тернера, °Т/$см^3$
		воды			раствора		
		общий	1-й порции	2-й порции	фенолфталеина	сернокислого кобальта	
1	2	3	4	5	6	7	8
Молочные, молокосодержащие* консервы:							
- с сахаром	10,00 ± 0,01	65	15	50	0,3	2	10
- стерилизованные	10,00 ± 0,01	50	15	35	0,3	2	10

* Действует только на территории Российской Федерации.

Окончание таблицы 1

Виды, наименование продукта	Масса, г	Объем, $см^3$					Коэффициент пересчета объема гидроокиси натрия в градусы Тернера, °Т/$см^3$
		воды			раствора		
		общий	1-й порции	2-й порции	фенолфталеина	сернокислого кобальта	
1	2	3	4	5	6	7	8
Сухие молочные продукты: молоко:							
25 % жира	2,50 ± 0,01	60	20	40	0,3	2	5
20 % жира	2,40 ± 0,01	60	20	40	0,3	2	5
15 % жира (в т.ч. «Смоленское»)	2,10 ± 0,01	60	20	40	0,3	2	5
обезжиренное;	1,80 ± 0,01	60	20	40	0,3	2	5
сливки	1,60 ± 0,01	30	10	20	0,1	1	10
кисломолочные продукты	1,25 ± 0,01	30	10	20	0,1	1	10
Регенерированное молоко для молодняка сельскохозяйственных животных	1,25 ± 0,01	30	10	20	0,1	1	10
ЗЦМ для телят	1,25 ± 0,01	30	10	20	0,1	1	10
Высокожирные сливки	10,00 ± 0,01	150	—	—	1,0	5	10
Сухие смеси для мороженого:							
- домашнего пломбира	4,76 ± 0,01	65	5	60	0,1	1	10
- сливочного	3,70 ± 0,01	66	6	60	0,1	1	10
- сливочно-белкового		66	6	—	—	—	—
- сливочно-кофейного		66	6	—	—	—	—
- сливочно-шоколадного	3,85 ± 0,01	66	6	60	0,1	1	10
- молочного	3,17 ± 0,01	67	7	60	0,1	1	10

4.3.3 Сгущенные молочные, молокосодержащие* консервы (сгущенное молоко с сахаром, сгущенное стерилизованное молоко, кофе или какао со сгущенным молоком и сахаром, сгущенные сливки с сахаром, кофе или какао со сгущенными сливками и сахаром) взвешиваются в стакане вместимостью 100 или 250 $см^3$ в зависимости от объема титруемой смеси. Разводят в первой порции воды температурой (65 ± 5) °С. Охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и вносят вторую порцию воды температурой (20 ± 2) °С.

Примечание — Свежевыработанные сгущенные консервы разводят водой температурой (20 ± 2) °С.

4.3.2, 4.3.3. **(Поправка).**

4.3.4 Сухие молочные продукты, кроме высокожирных сливок, взвешивают в стакане вместимостью 100 или 250 $см^3$, в зависимости от объема титруемой смеси. Растворяют в первой порции воды температурой (40 ± 2) °С, внося ее маленькими порциями и тщательно растирая комочки стеклянной палочкой. Охлаждают до (20 ± 2) °С, выдерживают в течение 5 мин и вносят вторую порцию воды температурой (20 ± 2) °С.

Сухие высокожирные сливки растворяют, постепенно приливая воду температурой (40 ± 2) °С, помешивая и растирая комочки. Охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

4.3.5 В стакан с пробой помещают стержень магнитной мешалки и устанавливают его на магнитную мешалку блока автоматического титрования. Включают двигатель мешалки и погружают электроды прибора и сливную трубку дозатора блока автоматического титрования в стакан с пробой. Включают кнопку «Пуск» блока автоматического титрования, а спустя 2—3 с — кнопку «Выдержка». При этом раствор гидроокиси натрия начинает поступать из дозатора блока в стакан с пробой, нейтрализуя последнюю. По достижении точки эквивалентности (pH 8, 7; для продуктов с какао и кофе — pH 9,0) и истечении времени выдержки (30 с) процесс нейтрализации автоматически прекращается. На панели блока автоматического титрования зажигается сигнал «Конец». После этого отключают все кнопки.

Проводят отсчет объема раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию, в кубических сантиметрах.

* Действует только на территории Российской Федерации.

4.4 Обработка результатов измерений

4.4.1 Кислотность X, в градусах Тернера (°Т), находят по формуле

$$X = K \cdot V,$$

где K — коэффициент пересчета объема раствора гидроокиси натрия в градусы Тернера, °Т/см^3;

V — объем раствора гидроокиси натрия, используемый на титрование, см^3.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, вычисленное до второго десятичного знака и округленное до первого десятичного знака. Округление результата измерений проводят в соответствии с требованиями стандарта СТ СЭВ 543.

4.4.2 Метрологические характеристики методики измерений должны соответствовать данным таблицы 2.

Таблица 2

Наименование продукта	Расхождение между результатами двух параллельных измерений, °Т, не более	Расхождение между результатами измерений в двух лабораториях, °Т, не более	Абсолютная погрешность измерений, интервал с границами ± , %, при вероятности $P = 0,95$
Сгущенные молочные, молокосодержащие* консервы	0,5	2,0	1,0
Сухое молоко	0,2	1,0	0,5
Другие сухие молочные продукты	0,5	2,0	1,0
Сухие смеси для мороженого	0,5	2,0	1,0
Сухие высокожирные сливки	0,5	2,0	1,0

(Поправка).

4.4.3 При измерении показателя в двух лабораториях разными методиками расхождение между результатами не должно превышать суммы абсолютных значений границ интервала абсолютных погрешностей методик.

4.4.4 Правила округления чисел при вычислении результатов измерений — в соответствии с требованиями стандарта СТ СЭВ 543.

5 Методика выполнения измерений кислотности с использованием индикатора фенолфталеина (не распространяется на сгущенные молочные консервы и сухие смеси для мороженого с цветными компонентами — кофе, какао и др.)

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Термометр лабораторный жидкостной диапазоном измерения 0—100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные исполнения 1, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 100 см^3, 1 дм^3 по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн, исполнения 2, номинальной вместимостью 100, 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнения 4, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 1, 5, 10 см^3 по ГОСТ 29227.

Цилиндр исполнения 1, вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Воронка стеклянная лабораторная диаметром 75 см по ГОСТ 25336.

Бюретка исполнения 3, 1, 2, 2-го класса точности, номинальной вместимостью 25 см^3, ценой деления 0,1 см^3 по ГОСТ 29251.

Палочки стеклянные оплавленные длиной 10—15 см.

Пергамент по ГОСТ 1341.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Натрия гидроокись, стандарт-титр по НД [1], раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Фенолфталеин по НД [2], 70%-ный спиртовой раствор с массовой концентрацией фенолфталеина 10 г/дм^3.

Кобальт сернокислый по ГОСТ 4462, х.ч. или ч.д.а., массовой концентрацией 25 г/дм^3. Срок хранения — 6 мес.

---

* Действует только на территории Российской Федерации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

5.2 Подготовка к измерениям

5.2.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия — см. 4.2.1.

5.2.2 На листе пергамента взвешивают (1,0 ± 0,1) г фенолфталеина, растворяют в 70 см^3 этилового спирта в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

5.2.3 На листе пергамента взвешивают (2,5 ± 0,1) г сульфата кобальта, растворяют водой объемом 50 см^3 в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Срок хранения раствора — 6 мес.

5.2.4 Приготовление образцов сравнения окраски проводят в соответствии с 4.3.2, 4.3.3 и таблицей 1, добавляя в каждую пробу сульфат кобальта и применяя посуду, аналогичную используемой при проведении измерений.

Срок хранения образцов сравнения окраски — не более 3 ч.

5.3 Проведение измерений

5.3.1 Проводят параллельно два измерения.

5.3.2 Дозировку продуктов воды, фенолфталеина, а также коэффициент пересчета объема раствора гидроокиси натрия в градусы Тернера при обработке результатов измерений проводят в соответствии с таблицей 1.

5.3.3 Молочные, молокосодержащие* консервы разводят водой в конической колбе вместимостью 100 или 250 см^3 в зависимости от объема титруемой смеси в соответствии с 4.3.3 и вносят раствор фенолфталеина.

(Поправка).

5.3.4 Сухие молочные продукты восстанавливают в соответствии с 4.3.4, применяя посуду, указанную В 5.3.3.

Примечание — При массовых измерениях допускается взвешивать сухие продукты на листке пергамента, пересыпать навеску в фарфоровую чашку, растворять ее в воде, растирая пестиком, и титровать.

5.3.5 Титрование проводят раствором гидроокиси натрия при перемешивании до окраски раствора, соответствующей окраске образца сравнения и не исчезающей в течение 30 с.

5.4 Обработка результатов измерений

5.4.1 Кислотность X, в градусах Тернера, находят по формуле

$$X = K \cdot V,$$

где K — коэффициент пересчета объема раствора гидроокиси натрия в градусы Тернера, °Т/см^3;

V — объем раствора гидроокиси натрия, используемый на титрование, см^3.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, вычисленное до второго десятичного знака и округленное до первого десятичного знака. Округление результата измерений проводят в соответствии с требованиями стандарта СТ СЭВ 543.

5.4.2 Метрологические характеристики методики измерений должны соответствовать данным таблицы 3.

5.4.3 При измерении показателя в двух лабораториях разными методиками расхождения между результатами не должны превышать суммы абсолютных значений границ интервала абсолютных погрешностей методик.

Таблица 3

Наименование продукта	Расхождение между результатами двух параллельных измерений, °Т, не более	Расхождение между результатами измерений в двух лабораториях, °Т, не более	Абсолютная погрешность измерений, интервал с границами ± , %, при вероятности $P = 0,95$
Сгущенные молочные, молокосодержащие* консервы	1,0	3,0	1,5
Сухое молоко	0,5	2,0	1,0
Другие сухие молочные продукты	1,0	3,0	1,5
Сухие смеси для мороженого	1,0	3,0	1,5
Сухие высокожирные сливки	1,0	3,0	1,5

(Поправка).

* Действует только на территории Российской Федерации.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6—09—2540—72 Стандарт-титр гидроокиси натрия
[2] ТУ 6—09—5360—87 Фенолфталеин

УДК 637.143.002.001.4:006.354 МКС 67.100 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: кислотность, титриметрические методы, сгущенные молочные, молокосодержащие консервы, сухие молочные продукты, потенциометрический анализатор, фенолфталеин, точка эквивалентности

gost.e-ecolog.ru