Группа Н39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЗЕРНО, КРУПА, МУКА, ТОЛОКНО ДЛЯ ПРОДУКТОВ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Метод определения кислотности

ГОСТ 26971—86

Corn, groats, flour, oatmeal for children's food. Method for determination of total acidity

ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.87

Настоящий стандарт распространяется на зерно риса, овса, гречихи; рисовую, овсяную, гречневую крупу; рисовую, овсяную, гречневую муку и толокно, используемые для производства продуктов детского питания, и устанавливает метод определения кислотности.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на потенциометрическом титровании раствором гидроокиси натрия суммарного количества свободных жирных кислот, органических кислот, концевых групп белков, содержащихся в зерне и продуктах его переработки и способных переходить в водную вытяжку.

Потенциометрическое титрование проводят с помощью блока автоматического титрования (в комплекте с бюреткой и иономером) при установленных параметрах прибора до точки титрования, равной 8,75 ед. pH.

2. ОТБОР ПРОБ

2.1. Отбор проб — по ГОСТ 13586.3, ГОСТ 26312.1, ГОСТ 27668, ГОСТ 15113.0.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

3.1. Для проведения испытаний применяют:

блок автоматического титрования типа БАТ-15 в комплекте с бюреткой и универсальным иономером ЭВ-74 или pH-метром-милливольтметром типа pH-121 (с диапазоном pH 1-19) и электродами для потенциометрического титрования: стеклянным — марки ЭСЛ-43-07 и сравнения — марки ЭВЛ-1-М-1 или марки ЭВЛ-1-М-3;

весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,01;

мельницу лабораторную марок VI-ЕМЛ, ЛЗМ или другой марки, обеспечивающей требуемую крупность размола;

сито из проволочной сетки № 08;

секундомер;

термометр по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения 0—50 °С, с погрешностью ±0,1 °С;

баню водяную;

стаканы стеклянные типа Н исполнения 2, вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 25336;

колбы мерные исполнения 2, вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770;

пипетки исполнения 4, вместимостью 1 см^3 по НТД;

цилиндры вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 исполнения 2 и 4;

капельницу стеклянную исполнения 1 или 2 по ГОСТ 25336;

палочки стеклянные;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

gost.e-ecolog.ru

натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, водный раствор концентрацией 0,1 моль/дм^3, приготовленный по ГОСТ 25794.1;

кислоту соляную по ГОСТ 14261, водный раствор концентрацией 0,1 моль/дм^3, приготовленный по ГОСТ 25794.1;

фенолфталеин, массовой концентрацией 5 г/дм^3 в этиловом спирте по ГОСТ 5962*;

комплект стандарт-титров для градуировки иономера по нормативно-технической документации (прилагается к иономеру).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

4.1. Из средней пробы зерна или крупы вручную или с помощью делителя выделяют навеску массой (50,0±0,1) г. Зерно и крупу очищают от сорной примеси, за исключением испорченных зерен или ядер. Очищенное зерно или крупу размалывают на лабораторной мельнице так, чтобы весь размолотый материал прошел при просеивании через сито из проволочной сетки № 08.

При размоле на мельнице зерна, влажность которого превышает 17,0 %, его предварительно подсушивают на воздухе или в сушильном шкафу (термостате) или лабораторном сушильном аппарате ЛСА при температуре воздуха не более 50 °С.

От тщательно перемешанного размолотого продукта и муки отбирают навески массой:

10,0 г — для рисовой крупы и муки;

5,0 г — для риса-зерна;

2,5 г — для зерна гречихи, гречневой крупы и муки, зерна овса, овсяной крупы и муки;

2,0 — для толокна.

4.2. Одновременно берут навеску для определения влажности: зерна по ГОСТ 13586.5, крупы по ГОСТ 26312.7, толокна по ГОСТ 9404, муки для детского питания по ГОСТ 15113.4.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Подготовку измерительной аппаратуры к выполнению измерения и приведение ее в рабочее состояние проводят в соответствии с описанием, содержащимся в паспорте к блоку автоматического титрования и к иономеру.

4.4. Диапазон работы блока автоматического титрования устанавливают путем выведения ручки «выдержка» на отметку «5»; ручки «зона» на отметку «0»; ручки «заданная точка» на отметку «4,75» (что соответствует точке титрования, равной 8,75 ед. pH с учетом диапазона измерений 4—9); переключатель диапазона устанавливают нажатием кнопки «1».

4.5. Перед определением кислотности устанавливают скорость истечения раствора гидроксида натрия из бюретки по секундомеру приблизительно 1 см^3 за 30 с путем регулировки крана или подбора переходной трубки (от бюретки к магнитному клапану) длиной 100—120 см и диаметром 0,5 мм.

4.6. Для градуировки иономера готовят буферные растворы из стандарт-титров с pH 1,68 и 9,18, входящих в комплект к иономеру. Буферные растворы готовят на дистиллированной воде, предварительно прокипяченной в течение 40 мин и охлажденной до (20±2) °С.

Перед проведением настройки иономера температура буферных растворов должна быть доведена до (24,0±0,1) °С путем выдерживания их в водяной бане или в помещении лаборатории.

Буферные растворы хранят в холодильнике при температуре 4 °С.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

5.1. Бюретку заполняют раствором гидроксида натрия до отметки «0» с помощью резиновой груши.

5.2. В стакан для титрования вместимостью 150 см^3 с помощью цилиндра наливают 100 см^3 дистиллированной воды и высыпают взвешенную навеску размолотого продукта или муки. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой в течение 10 с до получения однородной суспензии. Затем палочку из стакана вынимают, а в стакан с содержимым помещают магнитную вертушку. Ставят стакан на магнитную мешалку и продолжают перемешивание суспензии еще 50 с. В течение этого времени электроды опускают в водную суспензию на глубину 2 см, включают на иономере кнопку диапазона «4—9» и кнопку «pX» для установления исходного значения pH.

5.3. По истечении времени перемешивания суспензии на блоке автоматического титрования включают кнопки «пуск» и «включение» и начинается процесс автоматического титрования.

---

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

5.4. По окончании процесса титрования включается лампочка «конец». В это время выключают магнитную мешалку, блок автоматического титрования и иономер.

Электроды извлекают из стакана, промывают дистиллированной водой, а концы электродов протирают чистой фильтровальной бумагой.

5.5. Отсчитывают на бюретке объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование.

Продолжительность определения кислотности в продуктах, не требующих размола (рисовая, гречневая, овсяная мука и толокно), составляет 4—8 мин (в зависимости от величины кислотности); в продуктах, требующих размола, продолжительность определения кислотности увеличивается на время, требуемое для размола продукта массой 50 г на лабораторной мельнице.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Кислотность — условная величина, которая выражается в градусах (°) и соответствует объему раствора гидроксида натрия концентрацией 1 моль/дм^3, пошедшему на титрование кислореагирующих веществ, содержащихся в 100 г продукта.

Кислотность (X) в градусах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - W) \cdot 10} \cdot Z,$$

где V — объем 0,1 моль/дм^3 раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, см^3;

m — масса навески продукта, г;

K — поправочный коэффициент к титру гидроксида натрия;

$\frac{1}{10}$ — коэффициент пересчета 0,1 моль/дм^3 раствора гидроксида натрия на 1 моль/дм^3;

W — влажность продукта, %;

Z — поправочный коэффициент, учитывающий систематическую погрешность измерений и составляющий 0,91 — для овсяной и гречневой муки, крупы и 0,94 — для остальных продуктов.

6.2. Вычисления проводят до второго десятичного знака.

6.3. За результат измерения кислотности принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать:

0,2 ° — для зерна овса, гречихи, овсяной крупы и муки, толокна, гречневой крупы и муки

и 0,1 ° — для зерна риса, рисовой крупы и муки. Результат измерения кислотности записывают до первого десятичного знака в документах о качестве зерна, крупы, муки и толокна.

6.2, 6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.4. При контрольных определениях кислотности допускаемые расхождения между контрольным и первоначальным измерением кислотности не должны превышать 0,13 · $\overline{X}$, где $\overline{X}$ — среднеарифметическое результатов контрольного и первоначального измерений.

6.5. При контрольном определении кислотности за окончательный результат испытания принимают результат первоначального измерения, если расхождение между результатами контрольного и первоначального измерений не превышает допускаемую норму. Если расхождение превышает допускаемую норму, за окончательный результат испытания принимают результат контрольного измерения.

6.6. Точность измерения

6.6.1. Показатель точности результатов измерения кислотности выражают значением среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений (показателем воспроизводимости измерений) по формуле

$$\sigma [\mathring{\Delta}] = 0{,}06\, X,$$

где X — результат измерения, в градусах.

Систематическая составляющая погрешности, равная 0,09 — для овсяной и гречневой муки и крупы и 0,06 — для остальных продуктов введена в результат измерения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.7. Рабочий диапазон измерения кислотности в градусах составляет:

от 1,0 до 2,5 — для зерна риса, рисовой крупы и муки;

» 2,5 » 6,0 » » гречихи, гречневой крупы и муки;

» 2,5 » 8,0 » » овса, овсяной крупы и муки;

» 6,0 » 12,0 » толокна.

6.8. Контроль точности измерений кислотности осуществляют методом добавок, изложенным в приложении.

Указанным методом обязательно контролируют определение кислотности перед вводом блока автоматического титрования в эксплуатацию после поверки, ремонта или замены вышедших из строя деталей, а при текущей эксплуатации — раз в квартал.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

МЕТОД ДОБАВОК

Метод добавок предусматривает проведение серии титрований по способу, изложенному в разд. 5. Титрованию водным раствором гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 подвергают следующие суспензии и раствор:

водные суспензии навесок продукта массой, указанной в п. 4.1;

водные суспензии навесок продукта массой, уменьшенной вдвое;

1 см^3 водного раствора соляной кислоты* концентрацией 0,1 моль/дм^3;

смеси суспензий вышеуказанных навесок и 1 см^3 водного раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм^3.

По результатам титрования вычисляют коэффициенты A, B, D_1 и D_2 по формулам:

$$A = 2 \cdot X_2 - X_1; \; B = \frac{X_3 - X_0 - X_1}{X_0}; \; D_1 = \frac{A + BX_3}{X_3}; \; D_2 = \frac{A + BX_4}{X_4},$$

где X_0 — результат определения кислотности при титровании 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм^3, в градусах;

X_1 — результат определения кислотности при титровании навески продукта массой, указанной в п. 4.1 настоящего стандарта, в градусах;

X_2 — результат определения кислотности при титровании навески продукта массой, уменьшенной вдвое по сравнению с указанной в п. 4.1 настоящего стандарта, в градусах;

X_3 — результат определения кислотности при титровании смеси навески продукта массой, указанной в п. 4.1 настоящего стандарта и 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм^3, в градусах;

X_4 — результат определения кислотности при титровании смеси навески продукта массой, уменьшенной вдвое по сравнению с указанной в п. 4.1 настоящего стандарта и 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм^3, в градусах.

Систематическая ошибка измерения кислотности, определяемая методом добавок, будет подтверждена, если среднеарифметическое значение коэффициентов D_1 и D_2 не превышает: 0,09 — для овсяной и гречневой крупы и 0,06 — для остальных продуктов.

При получении отрицательных результатов контроля точности измерения повторяют процедуру контроля. При повторных отрицательных результатах контроля выясняют их причины (осуществляют поверку прибора, проверку титра щелочи и буферных растворов).

* При титровании соляной кислоты на установке потенциометрического титрования анализ проводится с помощью нажатия кнопки «ручное титрование» в присутствии 5 капель раствора фенолфталеина.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН Министерством хлебопродуктов СССР, Госагропромом СССР**

   ВНЕСЕН Министерством хлебопродуктов СССР

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.08.86**

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	3.1
ГОСТ 4328—77	3.1
ГОСТ 5962—67	3.1
ГОСТ 6709—72	3.1
ГОСТ 9404—88	4.2
ГОСТ 12026—76	3.1
ГОСТ 13586.3—83	2.1
ГОСТ 13586.5—93	4.2
ГОСТ 14261—77	3.1
ГОСТ 15113.0—77	2.1
ГОСТ 15113.4—77	4.2
ГОСТ 25336—82	3.1
ГОСТ 25794.1—83	3.1
ГОСТ 26312.1—84	2.1
ГОСТ 26312.7—88	4.2
ГОСТ 27668—88	2.1
ГОСТ 28498—90	3.1

4. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 23.12.91 № 2048**

5. **ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1991 г. (ИУС 4—92)**

gost.e-ecolog.ru