ГОСТ 24065—80

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.074.046:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО

Методы определения соды

ГОСТ 24065—80

Milk.
Methods of soda determination

МКС 67.100.10
ОКСТУ 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 4 апреля 1980 г. № 1534 дата введения установлена

с 01.07.81

Постановлением Госстандарта от 19.12.91 № 2396 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на молоко и устанавливает методы определения соды (карбоната или бикарбоната натрия).

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб молока и подготовка их к анализу — по ГОСТ 13928—84.

2. КАЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД

Метод основан на изменении окраски раствора индикатора бромтимолового синего при добавлении его в молоко, содержащее соду (карбонат или бикарбонат натрия).

Минимальное значение определяемой массовой доли соды составляет 0,05 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88*.

Штатив.

Колбы мерные исполнения 2, вместимостью 250 $см^3$; 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Пипетки исполнения 7, 2-го класса точности, вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 29169—91.

Капельница исполнения 2, номинальной вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336—82.

Пробирки типа П 1 диаметром 16 мм, высотой 150 мм или диаметром 14 мм, высотой 120 мм по ГОСТ 25336—82.

Бромтимоловый синий, спиртовый раствор с массовой долей бромтимолового синего 0,01 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67** или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Часы по научно-технической документации.

(Поправка).

2.2. Подготовка к анализу

Приготовление раствора бромтимолового синего.

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

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2009 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1985 г. (ИУС 4—86), Поправкой (ИУС 10—2009).

© Издательство стандартов, 1980
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Навеску бромтимолового синего массой 0,1 г переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доливают до метки этиловым спиртом.

2.3. Проведение анализа

В сухую или сполоснутую дистиллированной водой пробирку, помещенную в штатив, наливают 5 см^3 испытуемого молока и осторожно по стенке добавляют 7—8 капель раствора бромтимолового синего. Через 10 мин наблюдают за изменением окраски кольцевого слоя, не допуская встряхивания пробирки.

Одновременно ставят контрольную пробу с молоком, не содержащим соды.

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

Желтая окраска кольцевого слоя указывает на отсутствие соды в молоке. Появление зеленой окраски различных оттенков (от светло-зеленого до темно-зеленого) свидетельствует о присутствии соды в молоке.

3. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД

Метод основан на озолении молока и определении щелочности золы путем титрования.

3.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88 (для взвешивания пробы молока).

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88 (для взвешивания кристаллического хлористого кальция фенолфталеина).

Пипетки исполнения 7, 2-го класса точности, вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 29169—91.

Бюретки исполнения 1, 2-го класса точности, вместимостью 25 и 50 см^3, с ценой деления 0,1 см^3 по ГОСТ 29251—91.

Колбы конические вместимостью 200 и 1000 см^3 по ГОСТ 19908—90.

Колбы исполнения 2, вместимостью 100 см^3, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Тигли фарфоровые вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 9147—80.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336—82.

Печь муфельная.

Баня водяная.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Кислота соляная, ч. д. а., по ГОСТ 3118—77, раствор с молярной концентрацией c (HCl)= =0,1 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией c (NaOH)= =0,1 моль/дм^3 и раствор с массовой долей гидроокиси натрия 10 %.

Кальций хлористый двуводный по ТУ 6—09—5077—87.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360—87, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или спирт этиловый синтетический технический по ОСТ 38.02386—85, или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78, водный раствор с объемной долей спирта 96 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Определение коэффициента поправки к концентрации раствора гидроокиси натрия*

10 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией c (HCl)=0,1 моль/дм^3 титруют по индикатору фенолфталеину (ориентировочно) раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией c (NaOH)=0,1 моль/дм^3.

Коэффициент поправки K к концентрации раствора гидроокиси натрия вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты с молярной концентрацией c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, пошедший на титрование, см^3.

3.2.2. *Приготовление насыщенного раствора хлористого кальция*

Навеску кристаллического хлористого кальция массой 400 г помещают в коническую колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 100 см^3 воды и нагревают при перемешивании до полного растворения осадка. Раствор охлаждают до температуры (20±2) °С, при этом на дно колбы выпадает осадок. Затем добавляют 3—5 капель раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствор хлористого кальция, прибавляют раствор с массовой долей гидроокиси натрия 10% до появления розовой окраски.

3.2.3. *Приготовление спиртового раствора с массовой долей фенолфталеина 1 %*

Навеску фенолфталеина массой 1 г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки 96 %-ным этиловым спиртом. Перемешивают до полного растворения.

3.2.1.—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

Навеску молока массой 10 г помещают в предварительно промытый соляной кислотой, водой и прокаленный до постоянной массы тигель. Тигель с навеской молока помещают на водяную баню и выпаривают.

Затем проводят обугливание на электроплите и озоление навески до золы белого цвета в муфельной печи при температуре (500±50) °С. Не допускается обработка золы кислотами или перекисью водорода.

После окончания озоления приливают в тигель 10 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией c (HCl)=0,1 моль/дм^3 и переносят раствор количественно в коническую колбу вместимостью 150 см^3. Для этого тигель ополаскивают дважды 25 см^3 прокипяченной воды и сливают в ту же колбу. Содержимое колбы нагревают на электроплитке до слабого кипения и кипятят в течение 1 мин.

Раствор охлаждают до температуры (20±2) °С, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и 3—5 капель нейтрализованного насыщенного раствора хлористого кальция. Затем титруют раствором гидроокиси натрия с молярной концентрацией c (NaOH)=0,1 моль/дм^3 до получения розового окрашивания, устойчивого в течение 1 мин.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю соды X, %, в пересчете на карбонат натрия, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot 0{,}0106 \cdot 100}{m} - 0{,}025,$$

где V_1 — объем добавленного раствора соляной кислоты с молярной концентрацией c (HCl)= = 0,1 моль/дм^3, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH)=0,1 моль/дм^3, см^3;

K — коэффициент поправки к концентрации на раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH)=0,1 моль/дм^3;

0,0106 — коэффициент пересчета на массовую долю карбоната натрия;

m — масса навески молока, г;

0,025 — массовая доля соды в естественном коровьем молоке, %.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 %.

Суммарная погрешность измерений массовой доли соды в молоке Δ=±0,008 % при установленной вероятности P = 0,95.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru