

ГОСТ 3624—92

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

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ



Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ**Титриметрические методы определения кислотности****ГОСТ
3624—92**

Milk and milk products.
Titrimetric methods of acidity determination

МКС 67.100.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные и молокосодержащие продукты и устанавливает следующие титриметрические методы определения кислотности: потенциометрический, с применением индикатора фенолфталеина; метод определения предельной кислотности молока.

Стандарт не распространяется на казеин и молочные консервы.

(Поправка)*.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Методы отбора проб молока и молочных и молокосодержащих продуктов и подготовка их к анализу по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809.

(Поправка)*.

2. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод применяется при возникновении разногласий.

Метод основан на нейтрализации кислот, содержащихся в продукте, раствором гидроокиси натрия до заранее заданного значения pH = 8,9 с помощью блока автоматического титрования и индикации точки эквивалентности при помощи потенциометрического анализатора.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор потенциометрический с диапазоном измерения 4—10 ед. pH с ценой деления шкалы 0,05 ед. pH.

Блок автоматического титрования, аппаратурно совместимый с потенциометрическим титратором и имеющий дозатор раствора (бюветку) вместимостью не менее 5 см³ с ценой деления не более 0,05 см³.

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

Стаканы В-1—50 ТС, В-2—50 ТС, В-1—100 ТС, В-2—100 ТС по ГОСТ 25336.

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

Пипетки 2—2—10, 2—2—20 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1—50—1, 1—50—2, 3—50—1, 3—50—2 по ГОСТ 1770.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Натрия гидроокись, стандарт-титр по ТУ 6—09—2540, раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

* Действует только на территории Российской Федерации.

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

2.2. Подготовка к измерениям

2.2.1. Подготовка приборов

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 гидроокиси натрия.

Согласно инструкции, прилагаемой к потенциометрическому анализатору, настраивают его на такой диапазон измерения pH, который включил бы в себя pH = 8,9.

Согласно инструкции, прилагаемой к блоку автоматического титрования, настраивают его на точку эквивалентности, равную 8,9 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.

2.3. Проведение измерений

2.3.1. Молоко, молокосодержащий продукт, молочный составной продукт, сливки, простокваша, ацидофилин, кефир, кумыс и другие кисломолочные продукты

(Поправка)*.

2.3.1.1. В стакан вместимостью 50 см³ отмеривают 20 см³ дистиллированной воды и 10 см³ анализируемого продукта. Смесь тщательно перемешивают.

При анализе сливок и кисломолочных продуктов переносят остатки продукта из пипетки в стакан путем промывания пипетки полученной смесью 3—4 раза.

2.3.1.2. В стакан помещают стержень магнитной мешалки и устанавливают стакан на магнитную мешалку. Включают двигатель мешалки и погружают электроды потенциометрического анализатора и сливную трубку дозатора блока автоматического титрования в стакан с продуктом. Включают кнопку «Пуск» блока автоматического титрования, а спустя 2—3 с, кнопку «Выдержка». Раствор гидроокиси натрия при этом начинает поступать из дозатора блока в стакан с продуктом, нейтрализуя последний. По достижении точки эквивалентности (pH = 8,9) и истечении времени выдержки (30 с) процесс нейтрализации автоматически прекращается, а на панели блока автоматического титрования зажигается сигнал «Конец». После этого отключают все кнопки. Проводят отсчет количества раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию.

2.3.2. Мороженое, сметана

В стакане взвешивают 5 г продукта. Тщательно перемешивают продукт стеклянной палочкой, постепенно добавляют к нему 30 см³ воды и перемешивают. Проводят измерения в соответствии с п. 2.3.1.2.

2.3.3. Творог и творожные продукты

В фарфоровую ступку вносят 5 г продукта. Тщательно перемешивают и растирают продукт пестиком. Затем количественно переносят продукт в стакан вместимостью 100 см³, смывая его небольшими порциями воды, нагретой до 35—40 °C. Общий объем воды равен 50 см³. Затем смесь перемешивают и проводят измерения в соответствии с п. 2.3.1.2.

(Поправка)*.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Кислотность в градусах Тернера находят умножением объема, см³, раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию определенного объема продукта, на следующие коэффициенты:

10 — для молока, молочного составного продукта, сливок, простокваша, ацидофильного молока, кефира, кумыса и других кисломолочных продуктов;

20 — для мороженого, сметаны, творога и творожных продуктов.

2.4.2. Предел допускаемой погрешности результата измерений при принятой доверительной вероятности $P = 0,95$ составляет, °T:

± 0,8 — для молока, молочного составного продукта, сливок, мороженого;

± 1,2 — для простокваша, ацидофильного молока, кефира, кумыса и других кисломолочных продуктов;

± 2,3 — для сметаны;

± 3,2 — для творога и творожных продуктов.

Расхождение между двумя параллельными измерениями не должно превышать, °T:

1,2 — для молока, молочного составного продукта, сливок, мороженого;

1,7 — для простокваша, ацидофильного молока, кефира, кумыса и других кисломолочных продуктов;

3,2 — для сметаны;

4,3 — для творога и творожных продуктов.

* Действует только на территории Российской Федерации.

С. 3 ГОСТ 3624—92

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округляя результат до второго десятичного знака.

При большем расхождении испытание повторяют с четырьмя параллельными определениями. При этом расхождение между среднеарифметическим значением результатов четырех определений и любым значением из четырех результатов определения не должно превышать, °Т:

0,8 — для молока, молочного составного продукта, сливок, мороженого;

1,2 — для простокваса, ацидофильного молока, кефира, кумыса и других кисломолочных продуктов;

2,3 — для сметаны;

3,2 — для творога и творожных продуктов.

При большем расхождении приготавливают заново все реактивы, проводят государственную поверку используемых приборов и повторяют испытание с четырьмя параллельными определениями. В этом случае при наличии расхождения, большие вышеуказанных значений, выполнение данной работы поручают оператору более высокой квалификации.

(Поправка)*.

3. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНДИКАТОРА ФЕНОЛФТАЛЕИНА

Метод основан на нейтрализации кислот, содержащихся в продукте, раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

3.1. А п а р а т у р а, м а т е р и а л ы и р е а к т и в ы

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

Центрифуга по ТУ 27—32—26—77.

Шкаф сушильный с терморегулятором, позволяющий поддерживать температуру (50 ± 5) °С.

Баня водяная.

Термометр ртутный стеклянный с диапазоном измерения 0—100 °С и ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы 1—100—2, 2—100—2, 1—1000—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы П-2—50—34 ТС, П-2—100—34 ТС, П-2—250—34 ТС, П-2—250—50 по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—100 ТС, В-1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

Жиромеры стеклянные 1—40; 2—0,5 по ГОСТ 23094 или ТУ 25—2024.019.

Пипетки 1—2—1, 2—2—1, 4—2—1, 2—2—5, 2—2—10, 2—2—20 по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1—1—100 по ГОСТ 1770.

Бюretки 6—1—10—0,02, 6—2—10—0,02, 7—1—10—0,02, 7—2—10—0,02 по ГОСТ 29251.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Палочки стеклянные.

Штатив лабораторный.

Пробки для жиромеров.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Натрия гидроокись стандарт-титр по ТУ 6—09—2540 раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, 70 %-ный спиртовой раствор массовой концентрации фенолфталеина 10 г/дм³.

Кобальт сернокислый, раствор массовой концентрации сернокислого кобальта 25 г/дм³ по ГОСТ 4462.

Эфир диэтиловый для наркоза по Государственной фармакопее СССР X.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962** или спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299, или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

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

3.2. П о д г о т о в к а к а н а л и з у

3.2.1. П р и г oт oв л e n i e к oн trol'nyx эta l o n o v o k r a s k i d l a m o l o k a i c l i v o k

* Действует только на территории Российской Федерации.

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