

Н А Ц И О Н А Л Ь Н Ы Е С Т А Н Д А Р Т Ы

**МАСЛА, СЫРЫ, КАЗЕИНЫ
И КАЗЕИНАТЫ**

Методы анализа



Москва
Стандартинформ
2011

Вниманию читателей!

Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» подготовил к изданию в 2011 году сборники национальных стандартов, скомплектованные по отраслевому (тематическому) принципу.

В сборники включаются официальные публикации стандартов со всеми изменениями и поправками, утвержденными (принятыми) на дату издания сборника.

В 2011 году выйдут в свет сборники стандартов по следующей тематике:

ЕСКД (ГОСТ 2.001—2.125)

ЕСКД (ГОСТ 2.412—2.420)

Защита от преступлений

Канаты стальные. Сортамент

Комбикорма. Часть 4. Корма. Комбикорма. Комбикормовое сырье. Методы анализа

Консервы мясные. Паштеты и фарши

Концентраты пищевые. Технические условия. Методы анализа. Упаковка. Маркировка

Масла растительные пищевые и технические. Технические условия

Масла, сыры, казеины и казеинаты. Методы анализа

Нефть и нефтепродукты. Масла. Технические условия

Овощи сушеные. Технические условия. Методы анализа

Пиво. Технические условия. Методы анализа

Посуда и оборудование лабораторные. Технические условия. Методы анализа

Продукты пищевые. Методы микробиологического анализа

Пряности. Технические условия. Методы анализа

Пчеловодство

Сварка, пайка и термическая резка металлов. Материалы для электродных покрытий. Часть 7

Сварка, пайка и термическая резка металлов. Материалы наплавочные. Часть 8

Семена сельскохозяйственных культур. Методы анализа

Семечковые и цитрусовые плоды. Технические условия

Цветные металлы. Никель, цинк. Технические условия. Марки

Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах. Том 1, 2, 3

Информация о составе каждого сборника содержится в № 7 и № 8 за 2010 год издаваемого ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» приложения к информационному указателю стандартов (ИУС) — «Бланк заказа».

ГОСТ Р 51456—99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ

Потенциометрический метод определения активной кислотности плазмы

Издание официальное



**Москва
Стандартинформ
2011**

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ГУ ВНИМИ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 186 «Молоко и молочные продукты»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 611-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 7238—83 «Масло сливочное. Определение рН плазмы. Потенциометрический метод»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ИЗДАНИЕ (апрель 2011 г.) с Поправкой (ИУС 8—2009)

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

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

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ

Потенциометрический метод определения активной кислотности плазмы

Butter.

Potentiometric method for determination of pH of the serum

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды сливочного масла и масляной пасты и устанавливает потенциометрический метод определения активной кислотности плазмы.

Метод основан на измерении разности потенциалов между селективным к ионам водорода стеклянным электродом и электродом сравнения в плазме, выделенной вытапливанием жира из сливочного масла.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов рН 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

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

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. 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 Р 52969—2008 Масло сливочное. Технические условия

ГОСТ Р 52971—2008 Масло топленое и жир молочный. Технические условия

ИСО 707—97** Молоко и молочные продукты. Методы отбора проб

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—201. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе соответствующего ИСО. С 11 августа 2008 г. действует ИСО 707:2008.

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

активная кислотность: Разность потенциалов, измеренная при фиксированной температуре 20 °С между двумя электродами, погруженными в плазму сливочного масла, определенная по методу, установленному настоящим стандартом, выраженная в рН.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор потенциометрический по ГОСТ 19881 для контроля рН с пределами допускаемой основной погрешности измерения $\pm 0,05$ рН.

Центрифуга типа вертикальной загрузки с относительным радиальным ускорением от 1000 до 1200 об/мин.

Пробирки по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см³ с соответствующими резиновыми пробками.

Пробирки по ГОСТ 25336 высотой (200,0 \pm 1,2) мм и внутренним диаметром (21 \pm 1) мм.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру (65 \pm 2) °С.

Баня с ледяной водой.

Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498 диапазоном измерения от 0 до 100 °С и ценой деления шкалы 1,0 °С.

Стандарт-титры 2-го разряда по ГОСТ 8.135 для приготовления образцовых буферных растворов активной кислотности 4,5; 7,0 и 9,0 рН.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 2 см³ 2-го класса точности.

Калий фосфорнокислый однозамещенный (KH₂PO₄) по ГОСТ 4198, ч.д.а.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный (Na₂HPO₄) по ГОСТ 11773, ч.д.а.

Калий фталевокислый кислый (KHC₈H₄O₄) по [1].

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Масло коровье по ГОСТ Р 52969, ГОСТ Р 52971.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, свежеприготовленная, защищенная от поглощения углекислого газа.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций — по ИСО 707.

6 Подготовка к определению

6.1 Приготовление буферных растворов

Для калибровки потенциометрического анализатора используют два стандартных буферных раствора, значения рН которых при определенной температуре известны. Буферные растворы выбирают так, чтобы численное значение рН пробы сливочного масла находилось между численными значениями рН соответствующих буферных растворов.

При определении активной кислотности плазмы сливочного масла используют буферные растворы из комплекта стандарт-титров по ГОСТ 8.135. Буферные растворы готовят по ГОСТ 4919.2.

6.1.1 Приготовление буферного раствора с рН 4,00 при температуре 20 °С и 4,01 при температуре 25 °С

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ количественно переносят 10,120 г предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 120 °С калия фталевокислого кислого (KHC₈H₄O₄) по [1], доводят объем водой до метки при температуре определения и перемешивают.

6.1.2 Приготовление буферного раствора с рН 6,88 при температуре 20 °С и 6,86 при температуре 25 °С

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ количественно переносят 3,388 г калия фосфорнокислого однозамещенного (KH₂PO₄) по ГОСТ 4198 и 3,533 г натрия фосфорнокислого двузамещенного

(Na_2HPO_4) по ГОСТ 11773 (перед взвешиванием их высушивают до постоянной массы при температуре 120 °С), доводят объем водой до метки при температуре определения и перемешивают.

6.1.3 Для консервирования в буферные растворы по 6.1.1 — 6.1.2 добавляют пипеткой 2 см³ хлороформа по ГОСТ 20015 или четыреххлористого углерода по ГОСТ 20288.

6.2 Отделение плазмы сливочного масла от жира

6.2.1 В пробирку вместимостью 50 см³ помещают навеску сливочного масла массой (50±1) г. Пробирку помещают в водяную баню. После того как масло расплавится и образует два слоя, пробирку закрывают пробкой, помещают в центрифугу пробкой вниз и центрифугируют 5 мин при относительном радиальном ускорении от 1000 до 1200 об/мин. После центрифугирования пробирку помещают в ледяную баню пробкой вниз до получения плазмы, то есть полного застывания жира. Затем в пробирку высотой (200,0±1,2) мм и внутренним диаметром (21±1) мм переносят полученную плазму и доводят на водяной бане до температуры (20±2) °С.

6.3 Калибровка потенциометрического анализатора

Температуру буферных растворов по 6.1 регулируют до температуры (20±2) °С и проводят калибровку прибора в соответствии с инструкцией.

7 Проведение определения

7.1 Electrodes потенциометрического анализатора вводят в плазму. Определение проводят в соответствии с инструкцией на прибор.

При установлении постоянного значения на шкале потенциометрического анализатора снимают показания с отсчетом результата до второго знака после запятой.

7.2 Промывание электродов

По окончании определений электроды промывают ацетоном по ГОСТ 2603 и затем дистиллированной водой температурой от 30 до 35 °С, затем вытирают фильтровальной бумагой по ГОСТ 12026.

8 Метрологические характеристики

8.1 Допускаемая погрешность результата измерения активной кислотности — ±0,05 рН, при сходимости — не более 0,03 рН, воспроизводимости — не более 0,1 рН и при вероятности $P = 0,95$.

8.2 Если расхождение результатов двух параллельных определений (сходимость) превышает 0,03 рН, то повторно проводят два новых определения.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-09-351—74 Калий фталевокислый кислый

УДК 637.2:543.06:006.354

ОКС 67.100.20

Н19

ОКСТУ 9209

Ключевые слова: масло коровье, определение, потенциометрический метод в плазме, активная кислотность, метрологические характеристики