

МОЛОКО

Методы определения соды

Milk.
Methods of soda determinationГОСТ
24065—80*

ОКСТУ 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 4 апреля 1980 г. № 1534 срок введения установлен

с 01.07.81

Проверен в 1991 г. 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 см³; 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Пипетки исполнения 7, 2-го класса точности, вместимостью 5 см³ по ГОСТ 29169—91.

Капельница исполнения 2, номинальной вместимостью 50 см³ 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, спиртовой раствор с массовой долей бромтимолового синего 0,04 %.

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

Часы по научно-технической документации.

2.2. Подготовка к анализу

Приготовление раствора бромтимолового синего.

Навеску бромтимолового синего массой 0,1 г переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доливают до метки этиловым спиртом.

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Издание с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1985 г. (ИУС 4—86).

2.3. Проведение анализа

В сухую или сполоснутую дистиллированной водой пробирку, помещенную в штатив, наливают 5 см³ 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 см³ по ГОСТ 29169—91.

Бюретки исполнения 1, 2-го класса точности, вместимостью 25 и 50 см³, с ценой деления 0,1 см³ по ГОСТ 29251—91.

Колбы конические вместимостью 200 и 1000 см³ по ГОСТ 19908—90.

Колбы исполнения 2, вместимостью 100 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Тигли фарфоровые вместимостью 25 см³ 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 $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с молярной концентрацией $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ и раствор с массовой долей гидроксида 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 гидроксида натрия

10 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ титруют по индикатору фенолфталеину (ориентировочно) раствором гидроксида натрия с молярной концентрацией $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³.

Коэффициент поправки K к концентрации раствора гидроксида натрия вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем раствора соляной кислоты с молярной концентрацией $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, см³;

V_2 — объем раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, пошедший на титрование, см³.

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

3.2.2. *Приготовление насыщенного раствора хлористого кальция*

Навеску кристаллического хлористого кальция массой 400 г помещают в коническую колбу вместимостью 1000 см³, приливают 100 см³ 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, прибавляя раствор с массовой долей гидроксида 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 см³ 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 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией $c(\text{HCl})=0,1$ моль/дм³ и переносят раствор количественно в коническую колбу вместимостью 150 см³. Для этого тигель ополаскивают дважды 25 см³ 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 гидроксида натрия с молярной концентрацией $c(\text{NaOH})=0,1$ моль/дм³ 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 $c(\text{HCl})=0,1$ моль/дм³, см³;

V_2 — объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH})=0,1$ моль/дм³, см³;

K — коэффициент поправки к концентрации на раствор гидроксида натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH})=0,1$ моль/дм³;

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 $\Delta=\pm 0,008\%$ при установленной вероятности $P=0,95$.

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