

КАЗЕИНЫ

Метод определения свободной кислотности

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

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 28 декабря 1999 г. № 623-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 5547—78 «Казеины. Определение свободной кислотности (арбитражный метод)»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЗЕИНЫ

Метод определения свободной кислотности

Caseins.
Method for determination of free acidity

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кислотные, сычужные и полученные молочно-кислым брожением казеины и устанавливает титриметрический метод определения свободной кислотности (свободных кислот).

Метод основан на водной экстракции кислот при температуре 60 °С, нейтрализации свободных кислот, содержащихся в фильтрате продукта, раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтрованная лабораторная. 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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51464—99 Казеины и казеинаты. Определение массовой доли влаги

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

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

свободная кислотность казеина: Объем в см³ раствора гидроксида натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, необходимого для титрования водного экстракта 1 г казеина.

* Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе соответствующего ИСО.

Издание официальное

4 Аппаратура, материалы и реактивы

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

Баня водяная, обеспечивающая температурный режим $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 до $100 ^\circ\text{C}$ и ценой деления $1,0 ^\circ\text{C}$.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 и 500 см^3 с притертыми стеклянными пробками.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770, вместимостью 250 см^3 .

Пипетка с одной отметкой по ГОСТ 29169, вместимостью 100 см^3 .

Пипетка градуированная по ГОСТ 29228, 2-го класса точности, вместимостью $0,5 \text{ см}^3$.

Бюретка градуированная по ГОСТ 29251, 1-го класса точности, вместимостью 10 см^3 и ценой деления $0,02 \text{ см}^3$.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги.

Сито из проволочной сетки диаметром 200 мм, размером стороны ячейки 500 мкм.

Воронка по ГОСТ 25336, типа В, диаметром 75 мм.

Палочки стеклянные.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенолфталеин, раствор концентрации 10 г/дм^3 .

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

5 Отбор проб

Отбор проб и подготовка их к определению — по ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций — по ИСО 707.

6 Подготовка к определению

6.1 Подготовка пробы

6.1.1 В колбу вместимостью 250 см^3 помещают $(50 \pm 1) \text{ г}$ казеина, закрывают колбу пробкой и перемешивают образец десятикратным переворачиванием и встряхиванием колбы.

6.1.2 Тщательно перемешанную пробу переносят на лабораторное сито и просеивают.

6.1.3 Если 50 г пробы полностью просеивается через сито, то проба пригодна для дальнейшего определения.

6.1.4 Если проба полностью или частично не проходит через сито, то вновь $(50 \pm 1) \text{ г}$ пробы измельчают на измельчающем устройстве. Затем пробу полностью просеивают и переносят в колбу вместимостью 250 см^3 , закрывают пробкой и тщательно перемешивают десятикратным переворачиванием колбы. При подготовке пробы к определению необходимо исключить попадание влаги в пробу.

7 Проведение определения

7.1 Взвешивают $(10,00 \pm 0,01) \text{ г}$ казеина по 6.1, помещают его в коническую колбу вместимостью 250 см^3 , цилиндром добавляют 200 см^3 дистиллированной воды, предварительно нагретой до температуры $60 ^\circ\text{C}$. Колбу закрывают притертой пробкой, перемешивают ее содержимое и помещают в водяную баню температурой $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$ на 30 мин. Встряхивают колбу с интервалами в 10 мин.

7.2 Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр, помещенный в воронку.

7.3 Фильтрат охлаждают до температуры $20 ^\circ\text{C}$. Фильтрат должен быть прозрачным.

7.4 Пипеткой отбирают 100 см^3 охлажденного фильтрата в коническую колбу. Добавляют $0,5 \text{ см}^3$ раствора фенолфталеина. Титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабой розовой окраски, продолжая эту операцию не менее 30 с. Измеряют объем раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, с отчетом результата до $0,01 \text{ см}^3$.

8 Обработка результатов

8.1 Свободную кислотность казеина T_1 , см³/г, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{20VT}{m}, \quad (1)$$

где 20 — коэффициент пересчета кислотности пробы массой 10 г на 1 г с учетом разбавления;

V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см³;

T — титр раствора гидроксида натрия;

m — масса навески, г.

Результат расчета округляют до второго десятичного знака.

8.2 Свободную кислотность казеина в пересчете на сухое вещество T_2 , см³/г, вычисляют по формуле

$$T_2 = T_1 \cdot \frac{100}{100 - m_1}, \quad (2)$$

где m_1 — массовая доля влаги в образце, %, определенная по ГОСТ Р 51464;

100 — массовая доля абсолютно сухого вещества, %.

9 Метрологические характеристики

9.1 Сходимость

Разность двух результатов определений, полученных при анализе одной и той же пробы одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, не должна превышать 0,02 см³ раствора гидроксида натрия на 1 г продукта при вероятности $P = 0,95$.

9.2 Воспроизводимость

Разность двух единичных и независимых результатов определений, полученных двумя лаборантами, работающими в разных лабораториях с одной и той же пробой, не должна превышать 0,04 см³ раствора гидроксида натрия на 1 г продукта при вероятности $P = 0,95$.

9.3 Если расхождение результатов двух параллельных определений (сходимость) превышает 0,02 см³ раствора гидроксида натрия на 1 г продукта, повторно проводят два новых определения

ОКС 67.120.10

Н19

ОКСТУ 9209

Ключевые слова: определение, казеин, свободная кислотность, титриметрический метод, волюметрический анализ