

КАЗЕИНЫ

Метод определения свободной кислотности

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 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. Апрель 2011 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© 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

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 гидроокиси 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. Метод определения массовой доли влаги

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

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. 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:

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.

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 ± 2) °С.

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

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 и 500 см³ с притертыми стеклянными пробками.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770, вместимостью 250 см³.

Пипетка с одной отметкой по ГОСТ 29169, вместимостью 100 см³.

Пипетка градуированная по ГОСТ 29228, 2-го класса точности, вместимостью 0,5 см³.

Бюретка градуированная по ГОСТ 29251, 1-го класса точности, вместимостью 10 см³ и ценой деления 0,02 см³.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

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

Сито из проволоочной 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 $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенолфталеин, раствор концентрации 10 г/дм³.

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 см³ помещают (50 ± 1) 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 ± 1) г пробы измельчают на измельчающем устройстве. Затем пробу полностью просеивают и переносят в колбу вместимостью 250 см³, 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 $(10,00 \pm 0,01)$ г казеина по 6.1, помещают его в коническую колбу вместимостью 250 см³, цилиндром добавляют 200 см³ дистиллированной воды, предварительно нагретой до температуры 60 °С. Колбу закрывают притертой пробкой, перемешивают ее содержимое и помещают в водяную баню температурой (60 ± 2) °С 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 °С. Фильтрат должен быть прозрачным.

7.4 Пипеткой отбирают 100 см³ охлажденного фильтрата в коническую колбу. Добавляют 0,5 см³ 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 отсчетом результата до 0,01 см³.

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 гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, см³;

T — титр раствора гидроокиси 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 гидроокиси 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 гидроокиси натрия на 1 г продукта при вероятности $P = 0,95$.

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

УДК 637.2/.3/.147.2:006.354

ОКС 67.160.10

Н19

ОКСТУ 9209

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