

## МОЛОКО

## Метод определения точки замерзания

ГОСТ  
25101—82

Milk,

Method for determination of the freezing point

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 января 1982 г. № 231 срок введения установлен

с 01.01.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт распространяется на молоко и устанавливает метод определения точки замерзания молока.

Метод предназначен для исследовательских испытаний.

Точка замерзания натурального молока колеблется от минус 0,505 до минус 0,575 °С.

### 1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб молока и подготовку их к испытанию проводят по ГОСТ 3622—68, ГОСТ 26809—86 и ГОСТ 13928—84.

### 2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Точка замерзания молока — это выраженная в градусах Цельсия разность между точкой замерзания бидистиллированной воды и точкой замерзания молока, определенная установленным методом.

Точка замерзания молока определяется ручным криоскопом. При определении точки замерзания молока применяется принцип переохлаждения. В молоко, находящееся в состоянии переохлаждения на 1—1,1 °С ниже предполагаемой точки замерзания, вводят кристаллики льда и после остановки столбика ртути отсчитывают показания.

Точка замерзания молока обуславливается числом истинно растворимых составных частей молока (молочного сахара и минеральных солей), содержание которых в молоке колеблется незначительно. При добавлении воды концентрация водорастворимых веществ снижается, вследствие чего изменяется и точка замерзания молока. Данное изменение происходит пропорционально массовой доле добавленной воды.

### 3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1. Для проведения анализа используют следующие аппаратуру, материалы и реактивы: криоскоп ручной, предназначенный для определения точки замерзания (см. приложение 1), состоящий из:

сосуда (изолированного) вместимостью не менее 1,5 дм<sup>3</sup> или широкогорлого термоса вместимостью не менее 1 дм<sup>3</sup>, наполненного льдосоляной смесью температурой минус 4 °С. Сосуд закрывается крышкой с отверстиями: в центре — для пробирки с пробой, справа — для контрольного термометра и мешалки, слева — для пробирки с кристалликами льда.

пробирки для пробы по ГОСТ 23932—90 исполнения П1 диаметром  $(30 \pm 1)$  мм, высотой 250 или 270 мм из стекла группы ХСЗ. Пробирки укорачивают до  $(160 \pm 2)$  мм и наносят кольцевую метку, показывающую  $45 \text{ см}^3$ ,

пробирки для приготовления кристалликов льда по ГОСТ 23932—90 исполнения П2 диаметром 10 мм и высотой 90 мм. В пробирку вставляют металлическую проволоку с петлей диаметром  $1,6\text{--}2,0$  мм по ГОСТ 2246—70, на которой подготавливают кристаллики льда,

пробки для пробирки с пробой, изготовленной из изоляционного материала (эбонита) по ГОСТ 2748—77 с отверстиями: в центре диаметром 13 мм — для метастатического термометра, справа диаметром 4 мм — для мешалки и слева диаметром  $4\text{--}6$  мм — для введения кристалликов льда,

термометра метастатического типа ТЛ-1 с ценой деления шкалы  $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$  (тип Бекмана),

лупы с линейным увеличением в  $4\text{--}7$  раз по ГОСТ 25706—83, прикрепленной подвижно к метастатическому термометру типа ТЛ-1,

мешалки для пробирки с пробой, изготовленной из проволоки диаметром  $1,6\text{--}2,0$  мм по ГОСТ 2246—70. Проволоку изолируют трубкой из поливинилхлоридного пластиката марки ТВ-40 рецептуры 230 диаметром,  $1,75\text{--}2,0$  мм по ГОСТ 19034—82. Мешалка заканчивается горизонтальной петлей вокруг термометра диаметром  $20\text{--}25$  мм и имеет манжет, расположенный на расстоянии около 80 мм выше горизонтальной петли,

мешалки для охлаждающей смеси, изготовленной из проволоки диаметром  $1,6\text{--}2,0$  мм по ГОСТ 2246—70. Проволока изолируется трубкой из поливинилхлоридного пластиката марки ТВ-40 рецептуры 230 диаметром  $1,75\text{--}2,0$  мм по ГОСТ 19034—82. Мешалка заканчивается горизонтальной петлей диаметром около 60 мм.

термометра стеклянного технического по ГОСТ 28498—90 с ценой деления шкалы  $0,5$  или  $1 \text{ }^\circ\text{C}$  от минус 30 до плюс  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  с длиной нижней части не менее 103 мм;

сосуд первичного охлаждения (изолированный), наполненный охлаждающей смесью температурой от  $0$  до  $1 \text{ }^\circ\text{C}$  и предназначенный для охлаждения проб до  $1\text{--}1,5 \text{ }^\circ\text{C}$ . Сосуд закрывается крышкой с необходимым количеством отверстий для пробирок с пробами и для контрольного термометра;

секундомер;

воду бидистиллированную свежевскипяченную и охлажденную до комнатной температуры;

лед измельченный;

соль поваренную по ГОСТ 13830—91\*;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.;

колбы мерные вместимостью  $100 \text{ см}^3$  по ГОСТ 1770—74;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

весы лабораторные рычажные 1 или 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, поверочной ценой деления не более  $0,1 \text{ мг}$  по ГОСТ 24104—88;

шкаф сушильный;

бутылки полиэтиленовые для хранения градуировочных растворов вместимостью не более  $250 \text{ см}^3$ ;

электроплитку.

#### 4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Приготовление льдосоляной смеси температурой минус  $4 \text{ }^\circ\text{C}$

Смешивают  $1,5 \text{ кг}$  льда,  $1 \text{ дм}^3$  воды и около  $100 \text{ г}$  поваренной соли до получения температуры смеси минус  $4 \text{ }^\circ\text{C}$ .

4.2. Приготовление градуировочных растворов

4.2.1. Хлористый натрий перед приготовлением градуировочных растворов высушивают при температуре  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 1 ч или при  $130 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 24 ч и охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе.

4.2.2. Растворяют  $0,6892 \text{ г}$  хлористого натрия в  $100 \text{ г}$  бидистиллированной воды или  $0,6861 \text{ г}$  хлористого натрия вносят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  и объем доводят до метки бидистиллированной водой температурой  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ . Теоретическая точка заморзания раствора минус  $0,422 \text{ }^\circ\text{C}$ .

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2000.

### С. 3 ГОСТ 25101—82

4.2.3. Растворяют 1,0206 г хлористого натрия в 100 г бидистиллированной воды или 1,0152 г хлористого натрия вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и объем доводят до метки бидистиллированной водой температурой 20 °С. Теоретическая точка замерзания раствора минус 0,621 °С.

4.2.4. Градуировочные растворы хранят в герметически закрывающихся полиэтиленовых бутылках, заполненных доверху, при температуре 5—8 °С не более двух месяцев. Перед употреблением градуировочный раствор перемешивают осторожным перевертыванием и вращением бутылки. Порцию градуировочного раствора вливают прямо в пробирку.

#### 4.3. Подготовка пробы молока

Точка замерзания молока должна определяться не ранее чем через 3 ч после дойки при кислотности молока не выше 19—20 °Т. В консервированных пробах молока точку замерзания не определяют.

#### 4.4. Подготовка и эксплуатация метастатического термометра типа ТЛ-1

Метастатический термометр вставляют в пробирку и при помощи манжета фиксируют на расстоянии 13—15 мм от конца термометра до дна пробирки. Нулевую точку термометра настраивают переливанием ртути из запасного резервуара в основной, погружая нижний основной резервуар в пробирку с бидистиллированной водой температурой 0 °С и руководствуясь инструкцией, приложенной к метастатическому термометру. Мениск столбика ртути при 0 °С должен находиться в средней части шкалы, в пределах делений от 2 до 4. Нулевая точка термометра определяется ежедневно в начале и по окончании работы по точке замерзания бидистиллированной свежескипяченной и охлажденной воды. Термометр рекомендуется держать в вертикальном положении, погруженным в пробирку с дистиллированной водой температурой 0—10 °С, а перед работой необходимо выдерживать не менее 1 ч в таящем льду. Мыть термометр следует в пробирке с дистиллированной водой температурой от 0 до 2 °С. Во время перенесения термометра в следующую пробу столбик ртути не должен подниматься выше делений, а на мешалке и термометре не должно быть кристалликов льда.

#### 4.5. Градуировка метастатического термометра типа ТЛ-1

Для градуировки термометров применяют растворы хлористого натрия с теоретическими точками замерзания минус 0,422 и минус 0,621 °С и в соответствии с методикой проведения анализа устанавливают их точки замерзания  $T_1$  и  $T_2$ , которые применяются для расчета уточненного значения точки замерзания молока по формуле (1). Термометр градуируют один раз в пять—шесть месяцев для данной нулевой точки термометра.

## 5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Подготовленную пробу молока, градуировочные растворы хлористого натрия или бидистиллированную воду наливают в пробирку до метки и охлаждают в сосуде первичного охлаждения до 1—1,5 °С. Пробирку с пробой и вставленным (точно вертикально!) метастатическим термометром помещают в охлаждающий сосуд с постоянно поддерживаемой во время испытания температурой минус 4 °С. В течение всего времени определения следует помешивать пробу перемещением мешалки вверх—вниз со скоростью одно перемещение в секунду. Горизонтальная петля мешалки не должна подниматься выше пробы. При падении столбика ртути термометра на 1—1,1 °С ниже предполагаемой точки замерзания в пробирку с пробой через отверстие вводятся кристаллики льда, после чего помешивание приостанавливают на 4—5 с. Когда столбик ртути начнет подниматься, продолжают помешивание пробы в течение 25 с, а затем — на 60 с прекращают. Спустя 90 с после введения кристалликов льда, когда столбик ртути обычно останавливается, пробу три раза помешивают, затем слегка постукивают по термометру около точки остановки столбика ртути, после чего с помощью лупы отсчитывают показания на шкале. При этом глаз наблюдателя должен находиться на уровне горизонтальной касательной к мениску столбика ртути так, чтобы штрих шкалы в точке отсчитывания был виден прямолинейно. После первого отсчета все операции (помешивание, постукивание и отсчет) повторяют еще два раза через 20 с каждую. Показания на метастатическом термометре отсчитывают при помощи лупы с точностью 0,001 °С. Разность в показаниях второго и третьего отсчетов не должна превышать 0,003 °С.

За результат показания термометра принимают среднеарифметическое результатов второго и третьего отсчетов.

Разность между показаниями на метастатическом термометре точек замерзания бидистиллированной воды и градуировочных растворов (или молока) составляет точку замерзания пробы.

**Примечания:**

1. Если проба преждевременно замерзает, не достигнув необходимой температуры переохлаждения, измерение прекращают.
2. При проведении серии определений точки замерзания молока температура в рабочем помещении не должна изменяться более чем на 1 °С.

## 6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,005 °С. Если расхождения превышают установленные, то анализ следует повторить.

6.2. Уточненное значение точки замерзания молока  $T$ , °С, Цельсия вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,621 - 0,422}{T_2 - T_1} \cdot (T_u - T_1) + 0,422, \quad (1)$$

где  $T_u$  — установленная точка замерзания молока, °С;

$T_1$  — установленная точка замерзания раствора хлористого натрия с теоретической точкой замерзания минус 0,422 °С, °С;

$T_2$  — установленная точка замерзания раствора хлористого натрия с теоретической точкой замерзания минус 0,621 °С, °С.

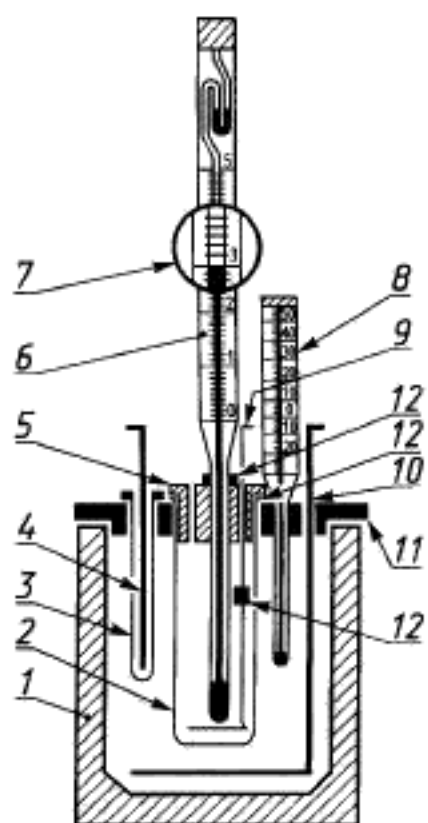
6.3. Массовую долю добавленной в молоко воды  $X$ , % вычисляют по формуле

$$X = \frac{T_3 - T}{T_3} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $T$  — уточненное значение точки замерзания исследуемого молока, °С;

$T_3$  — значение точки замерзания натурального молока или точка замерзания сравнительной пробы, °С.

В среднем точка замерзания молока повышается от добавления в него 1 % воды на 0,005 °С (см. приложение 2).

Ручной криоскоп с метастатическим  
термометром

1 — сосуд (изолированный) или широкогорлый термос; 2 — пробирка для пробы; 3 — пробирка для приготовления кристалликов льда; 4 — металлическая проволока с петлей; 5 — пробка для пробирки с петлей; 6 — термометр метастатический типа ТЛ-1, 7 — лупа; 8 — термометр стеклянный технический; 9 — мешалка для пробы; 10 — мешалка для охлаждающей смеси, 11 — крышка охлаждающего сосуда; 12 — манжет

**Таблица**  
**пересчета точки замерзания молока на массовую долю воды,**  
**добавленной в молоко**

Массовая доля добавленной воды, %	Значение точки замерзания натурального молока или сравнительной пробы, °С				
	– 0,550	– 0,540	– 0,530	– 0,520	– 0,510
1	–0,545	–0,534	–0,524	–0,515	–0,505
2	–0,539	–0,529	–0,519	–0,510	–0,500
3	–0,534	–0,524	–0,514	–0,504	–0,495
4	–0,528	–0,518	–0,508	–0,499	–0,490
5	–0,523	–0,513	–0,503	–0,494	–0,485
6	–0,517	–0,508	–0,498	–0,489	–0,479
7	–0,512	–0,502	–0,493	–0,484	–0,474
8	–0,506	–0,497	–0,488	–0,478	–0,469
9	–0,501	–0,491	–0,482	–0,473	–0,464
10	–0,495	–0,486	–0,477	–0,468	–0,459
15	–0,468	–0,459	–0,451	–0,442	–0,434
20	–0,440	–0,432	–0,424	–0,416	–0,408
25	–0,413	–0,405	–0,398	–0,390	–0,383