

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Метод измерения активной кислотности

Издание официальное

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. № 622-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 5546—79 «Казеины и казеинаты. Определение рН (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

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Метод измерения активной кислотности

Caseins and caseinates.
Method for determination of pH

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на казеины и казеинаты и устанавливает метод измерения активной кислотности в водных экстрактах казеинов и водных растворах казеинатов.

Метод основан на измерении активной кислотности потенциометрическим анализатором.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135—74 Государственная система обеспечения единства измерений. pH-метрия. Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов 2-го разряда

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. 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 27987—88 Анализаторы жидкости потенциометрические ГСП. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

активная кислотность: Активная кислотность водного экстракта казеина или водного раствора казеината при 20 °С, выраженная в pH.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор жидкости потенциометрический по ГОСТ 27987, пределами допускаемой основной погрешности измерения $\pm 0,05$ pH.

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

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

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

Термометры стеклянные нертутные лабораторные по ГОСТ 28498, диапазоном измерения 0—100 °С и ценой деления шкалы 1,0 °С.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 100 и 250 см³ с притертыми стеклянными пробками.

Стаканы по ГОСТ 25336, типов В и Н, исполнения 1 и 2, вместимостью 50 см³.

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

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

Миксер.

Стакан для миксера вместимостью 250 см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6 Подготовка к измерению

6.1 Подготовка пробы

6.1.1 В колбу вместимостью 250 см³ помещают (50±1) г казеина или казеината, закрывают колбу пробкой и перемешивают образец десятикратным переворачиванием и встряхиванием колбы.

6.1.2 Тщательно перемешанную пробу просеивают на лабораторном сите.

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, 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.

6.2 Настройка рН-метра

Температуру буферных растворов устанавливают (20±2) °С и настраивают рН-метр в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Если анализируют серии образцов, то настройку рН-метра проводят одним или более стандартными буферными растворами каждые 30 мин.

При однократных измерениях с периодичностью более 30 мин настройку рН-метра проводят непосредственно перед измерением.

6.3 Приготовление экстрактов казеинов и растворов казеинатов

6.3.1 Казеины

В коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску казеина массой (5,0±0,1) г, добавляют 30 см³ дистиллированной воды температурой (20±2) °С, закрывают колбу пробкой. Колбу встряхивают в течение 10 с и оставляют в покое на 20 мин при температуре (20±2) °С.

6.3.2 Казеинаты

В стакан миксера наливают 95 см³ дистиллированной воды, добавляют навеску казеината массой (5,0±0,1) г и смешивают миксером в течение 30 с при температуре (20±2) °С. Стакан оставляют в покое на 20 мин при температуре (20±2) °С.

7 Проведение измерения

Перед каждым измерением электроды промывают водой и высушивают фильтровальной бумагой.

7.1 Из колбы с экстрактом казеина осторожно сливают надосадочную жидкость в стакан вместимостью 50 см³ и немедленно измеряют активную кислотность с отсчетом результата до 0,05 рН.

7.2 Из стакана миксера с раствором казеината наливают 20 см³ раствора в стакан вместимостью 50 см³ и немедленно измеряют активную кислотность с отсчетом результата до 0,05 рН.

8 Метрологические характеристики

8.1 Экстракты казеина

Пределы допускаемой погрешности результата измерения активной кислотности — $\pm 0,15$ рН, сходимость — не более 0,1 рН и воспроизводимость — не более 0,3 рН при вероятности $P = 0,95$.

8.2 Растворы казеината

Пределы допускаемой погрешности результата измерения активной кислотности — $\pm 0,07$ рН, сходимость — не более 0,05 рН и воспроизводимость — не более 0,15 рН.

8.3 Если расхождения результатов двух параллельных определений (сходимость) превышает 0,1 рН для экстрактов казеинов и 0,05 рН для растворов казеина, то повторно проводят по два новых определения.

ОКС 67.120.10

Н19

ОКСТУ 9209

Ключевые слова: определение, казеин, казеинаты, активность ионов водорода, массовая доля, рН
