ГОСТ Р 51466—99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЗЕИНЫ

Метод определения массовой доли «связанной золы»

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 22 декабря 1999 г. № 621-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 5544—1978 «Казеины. Определение «связанной золы» (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 на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЗЕИНЫ

Метод определения массовой доли «связанной золы»

Caseins. Method for determination of «fixed ash» mass fraction

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кислотные казеины и казеины, полученные молочнокислым брожением, и устанавливает метод определения массовой доли «связанной золы».

Метод основан на минерализации казеина при температуре (825±25) °С с уксуснокислым магнием для сохранения в золе фосфорорганических соединений, измерении массы золы и вычислении массовой доли «связанной золы».

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие 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 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. 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

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

связанная зола: Минерализованный остаток, содержащий фосфорорганические соединения казеина.

---

* 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.

Издание официальное

4 Аппаратура, материалы и реактивы

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

Пипетка градуированная по ГОСТ 29227, 2-го класса точности, вместимостью 5 $см^3$.

Баня водяная с регулируемым обогревом.

Шкаф сушильный лабораторный.

Печь электрическая с циркуляцией воздуха или печь муфельная лабораторная, обеспечивающая температурный режим (825±25) °С.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 250 $см^3$.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Тигли кварцевые по ГОСТ 19908 или тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

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

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

Магний уксуснокислый 4-водный по нормативной документации, раствор концентрацией 120 г/$дм^3$.

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 определению

6.1 Подготовка пробы

6.1.1 В колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают (50±1) г казеина, закрывают ее пробкой и перемешивают образец десятикратным переворачиванием и встряхиванием колбы.

6.1.2 Тщательно перемешанную пробу переносят на лабораторное сито.

6.1.3 Если 50 г пробы полностью просеивается через сито, проба пригодна для дальнейшей работы.

6.1.4 Если проба полностью или частично не проходит через сито, повторно измельчают (50±5) г образца. Пробу просеивают, переносят в колбу вместимостью 250 $см^3$, закрывают пробкой и тщательно перемешивают десятикратным переворачиванием колбы. Во время проведения этих работ необходимо исключить попадание влаги в пробу.

6.2 Подготовка тиглей (А и Б)

Тигли прокаливают 30 мин в муфельной печи при температуре (825±25) °С. Затем помещают их в эксикатор, дают остыть до комнатной температуры и измеряют массу тиглей с отсчетом результатов до 0,1 мг.

7 Проведение определения

7.1 В тигель А помещают (3,0±0,2) г пробы, взвешивают с отсчетом результата до 0,1 мг и пипеткой доливают 5 $см^3$ раствора уксуснокислого магния так, чтобы увлажнить всю навеску. Выдерживают тигель с содержимым в течение 20 мин.

7.2 В тигель пипеткой Б наливают 5 $см^3$ раствора уксуснокислого магния.

7.3 Выпаривают содержимое обоих тиглей на водяной бане до полного испарения влаги.

7.4 Помещают оба тигля в сушильный шкаф и выдерживают их в течение 30 мин при температуре (102±2) °С.

7.5 Тигель А нагревают на слабом пламени газовой горелки или электрической плитке до полного обугливания содержимого и следят за тем, чтобы оно не воспламенилось.

7.6 Переносят тигли (А и Б) в муфельную печь и выдерживают не менее 1 ч при температуре (825±25) °С до приобретения золой в тигле А белого цвета. Помещают тигли в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и затем взвешивают с отсчетом результатов до 0,1 мг.

Повторяют операции минерализации в муфельной печи, охлаждения и взвешивания до тех пор, пока разность масс двух последовательных взвешиваний будет не более 1 мг или увеличится. Записывают наименьшее значение массы.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю «связанной золы» в пробе W_1, %, вычисляют по формуле

$$W_1 = \frac{(M_1 - M_2) - (M_3 - M_4)}{M_0} \cdot 100, \qquad (1)$$

где M_0 — масса навески, г;

M_1 — масса тигля А с золой, г;

M_2 — масса пустого тигля А, г;

M_3 — масса тигля Б с остатком, г;

M_4 — масса пустого тигля Б, г.

Результат определения округляют до 0,1 % «связанной золы».

8.2 Массовую долю «связанной золы» в пробе в пересчете на сухое вещество W_2, %, вычисляют по формуле

$$W_2 = W_1 \cdot \frac{100}{100 - M}, \qquad (2)$$

где M — массовая доля влаги в пробе, %, определяемая по ГОСТ Р 51464.

Результат определения массовой доли «связанной золы» в пересчете на сухое вещество округляют до 0,1 %.

9 Метрологические характеристики

9.1 Сходимость

Разность двух результатов определений, полученных при анализе одной и той же пробы одним и тем же лаборантом, пользующимся одними и теми же приборами, за короткий промежуток времени не должна превышать 0,1 % «связанной золы» 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 0,2 % «связанной золы» при вероятности $P = 0,95$.

9.3 Если расхождение результатов двух параллельных определений (сходимость) превышает 0,1 %, повторно проводят два новых определения.

УДК 637.2/.3/.147.2:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: казеин, массовая доля, «связанная зола», гравиметрический анализ, химический анализ