

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33569—
2015

МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Кондуктометрический метод
определения массовой доли хлористого натрия

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия» (ФГБНУ ВНИИМС)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(Поправка).

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2015 г. № 1724-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33569—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 54076—2010*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ИЗДАНИЕ (ноябрь 2019 г.) с Поправкой (ИУС 7—2019)

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2015 г. № 1724-ст национальный стандарт ГОСТ Р 54076—2010 отменен с 1 июля 2016 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019



В Российской Федерации 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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Сущность метода	2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы	2
6 Отбор проб	3
7 Подготовка к проведению измерений	3
8 Условия проведения измерений	4
9 Проведение измерений	4
10 Обработка результатов измерений	4
11 Проверка приемлемости результатов измерений	9
12 Требования безопасности	10
Библиография	11

МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия

Milk products. Conductometric method for determination of sodium chloride

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочную продукцию в части сыров, сырных продуктов и подсырной молочной сыворотки и устанавливает кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия.

Диапазон определений массовой доли хлористого натрия в сырах и сырных продуктах — от 0,1 % до 7,0 %.

Диапазон определений массовой доли хлористого натрия в подсырной молочной сыворотке — выше 0,0 % до 4,0 %.

Метод предназначен для оперативного производственного контроля.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ ОИМЛ R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9412 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

ГОСТ 13830* Соль поваренная пищевая. Общие технические условия
ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809.1 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26809.2 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документе дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины в соответствии с [1] и [2], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 кондуктометрический метод: Электрохимический экспресс-метод анализа, в основе которого лежит измерение удельной электропроводности водных растворов электролитов.

3.2 удельная электропроводность: Мера способности вещества проводить электрический ток.

3.3 кондуктометр: Прибор для измерения удельной электропроводности.

4 Сущность метода

Метод основан на измерении удельной электропроводности водной вытяжки сыра или сырного продукта, подсырной молочной сыворотки с использованием кондуктометра-солемера и определении массовой доли хлористого натрия в сыре, сырном продукте или подсырной молочной сыворотке.

5 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Кондуктометр-солемер, оснащенный электродом, с техническими характеристиками, соответствующими типу кондуктометра, обеспечивающий возможность измерения показателя удельной электропроводности в диапазоне от 0,1 до 60 мСм/см, пределом допускаемой погрешности $\pm 1\%$ от показания прибора.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г и $\pm 0,0002$ г.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498, диапазоном измерения от 0 °C до 100 °C и ценой деления шкалы 0,5 °C.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги, вместимостью стакана до 200 см³ или терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2008.

Ступка 4 с пестиком 2 по ГОСТ 9147.

Колбы мерные 2—50(100, 200, 500, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Стакан В—2—50(100, 250) ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1—10(50,100,.)—1(3) по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные оплавленные длиной не более 10 см.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Марля медицинская по ГОСТ 9412.

Стандартный калибровочный раствор известной удельной электрической проводимостью, например 12,88 мСм/см при температуре $(25,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, удельной электрической проводимостью не более 0,005 мСм/см при температуре $(25,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$.

Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830, сорт экстра.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реагентов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор проб

6.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 26809.1 и ГОСТ 26809.2.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Градуировка кондуктометра

7.1.1 При подготовке к проведению измерений осуществляют градуировку кондуктометра.

7.1.2 Градуировку проводят в соответствии с требованиями паспорта или технических документов на прибор.

7.1.3 Для градуировки используют стандартный калибровочный раствор известной удельной электрической проводимостью, например 12,88 мСм/см при температуре $(25,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$.

7.1.4 При проведении градуировки в стакан вместимостью 100 см³ наливают не менее 50 см³ стандартного калибровочного раствора.

Датчик кондуктометра опускают в стандартный калибровочный раствор, следя за тем, чтобы все отверстия датчика были погружены в стандартный калибровочный раствор. Необходимо убедиться, что в нижней части датчика кондуктометра не осталось пузырьков воздуха. Для этого нижней частью датчика постукивают слегка по дну стакана со стандартным калибровочным раствором и, слегка потряхивая, вращают датчик.

Если показание прибора отличается от значения удельной электропроводности стандартного калибровочного раствора, проводят калибровку проводимости согласно требованиям паспорта или технических документов на прибор.

Выключают прибор.

7.2 Подготовка сыров к проведению измерений

7.2.1 Подготовка пробы твердой молочной продукции (твердых, полутвердых, рассольных сыров и сырных продуктов)

7.2.1.1 В измельчающее устройство помещают сыр или сырный продукт, измельчают и тщательно перемешивают.

Допускается измельчать сыр или сырный продукт на металлической терке с мелкой перфорацией.

Измельченный сыр или сырный продукт массой 30,000 г переносят в фарфоровую ступку, постепенно добавляя дистиллированную воду, нагретую до $(45 \pm 5)^\circ\text{C}$, тщательно растирают пестиком и перемешивают в течение (20 ± 5) мин. Полученную суспензию количественно переносят в стакан. Ступку и пестик несколько раз ополаскивают дистиллированной водой, сливая ее в тот же стакан. Общая масса используемой дистиллированной воды должна составлять 120,0 г.

Полученную суспензию фильтруют через шесть—восемь слоев марли.

7.2.1.2 Пробу готовят непосредственно перед определением.

После подготовки каждой пробы проводят очистку и мойку измельчающего устройства.

7.2.2 Подготовка пробы пастообразной молочной продукции (мягкие, рассольные сыры и сырные продукты)

7.2.2.1 Пастообразный сыр или сырный продукт массой 30,000 г помещают в фарфоровую ступку и тщательно растирают пестиком до однородной консистенции, постепенно добавляя дистиллированную воду, нагретую до температуры $(45 \pm 5) ^\circ\text{C}$, тщательно растирают и перемешивают в течение (20 ± 5) мин.

Полученную суспензию количественно переносят в стакан. Ступку и пестик несколько раз ополаскивают дистиллированной водой, сливая ее в тот же стакан. Общая масса используемой дистиллированной воды должна составлять 120,0 г.

Полученную суспензию фильтруют через шесть—восемь слоев марли.

7.2.2.2 Пробу готовят непосредственно перед определением.

7.3 Подготовка пробы подсырной молочной сыворотки

В стакан вместимостью 100 см³ наливают не менее 50 см³ подсырной молочной сыворотки.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 20 °C до 30 °C;
- относительная влажность окружающего воздуха от 50 % до 80 %;
- частота питающей сети от 49,5 до 50,5 Гц;
- напряжение питающей сети от 198 до 244 В.

9 Проведение измерений

9.1 Проведение измерений в сырах и сырных продуктах

В стакан вместимостью 100 см³ вносят не менее 50 см³ полученной водной вытяжки сыра или сырного продукта.

Помещают датчик кондуктометра в стакан с водной вытяжкой сыра или сырного продукта, следя за тем, чтобы в раствор были погружены все отверстия электрода (датчика) прибора.

Включают кондуктометр и измеряют удельную электрическую проводимость водной вытяжки сыра или сырного продукта в режиме автоматической температурной компенсации. Результат измерений фиксируют, когда показания прибора за одну минуту изменяются не более чем на $\pm 0,2$ мСм/см.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости.

После проведения измерений выключают прибор, датчик промывают дистиллированной водой и обсушивают фильтровальной бумагой.

9.2 Проведение измерений в подсырной молочной сыворотке

Помещают датчик кондуктометра в стакан с подсырной молочной сывороткой, следя за тем, чтобы в раствор были погружены все отверстия электрода (датчика) прибора.

Включают кондуктометр и измеряют удельную электрическую проводимость подсырной молочной сыворотки в режиме автоматической температурной компенсации. Результат измерений фиксируют, когда показания прибора за одну минуту изменяются не более чем на $\pm 0,2$ мСм/см.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости.

После проведения измерений выключают прибор, датчик промывают дистиллированной водой и обсушивают фильтровальной бумагой.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Вычисление массовой доли хлористого натрия в сырах и сырных продуктах

Массовую долю хлористого натрия в сырах и сырных продуктах (твердых, полутвердых, мягких и рассольных) X_c , %, вычисляют по формуле

$$X_c = C_c \cdot 0,356 - 1,467, \quad (1)$$

где C_c — удельная электропроводность водной вытяжки сыра или сырного продукта, мСм/см;
 0,356 — коэффициент для выражения результатов измерения в виде процентного содержания хлористого натрия, см·%/мСм;
 1,467 — поправочный коэффициент.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

10.2 Определение массовой доли хлористого натрия в подсырной молочной сыворотке

Определение массовой доли хлористого натрия в подсырной молочной сыворотке осуществляют, исходя из показаний кондуктометра-солемера, по градуировочным графикам, приведенным на рисунках 1—4.

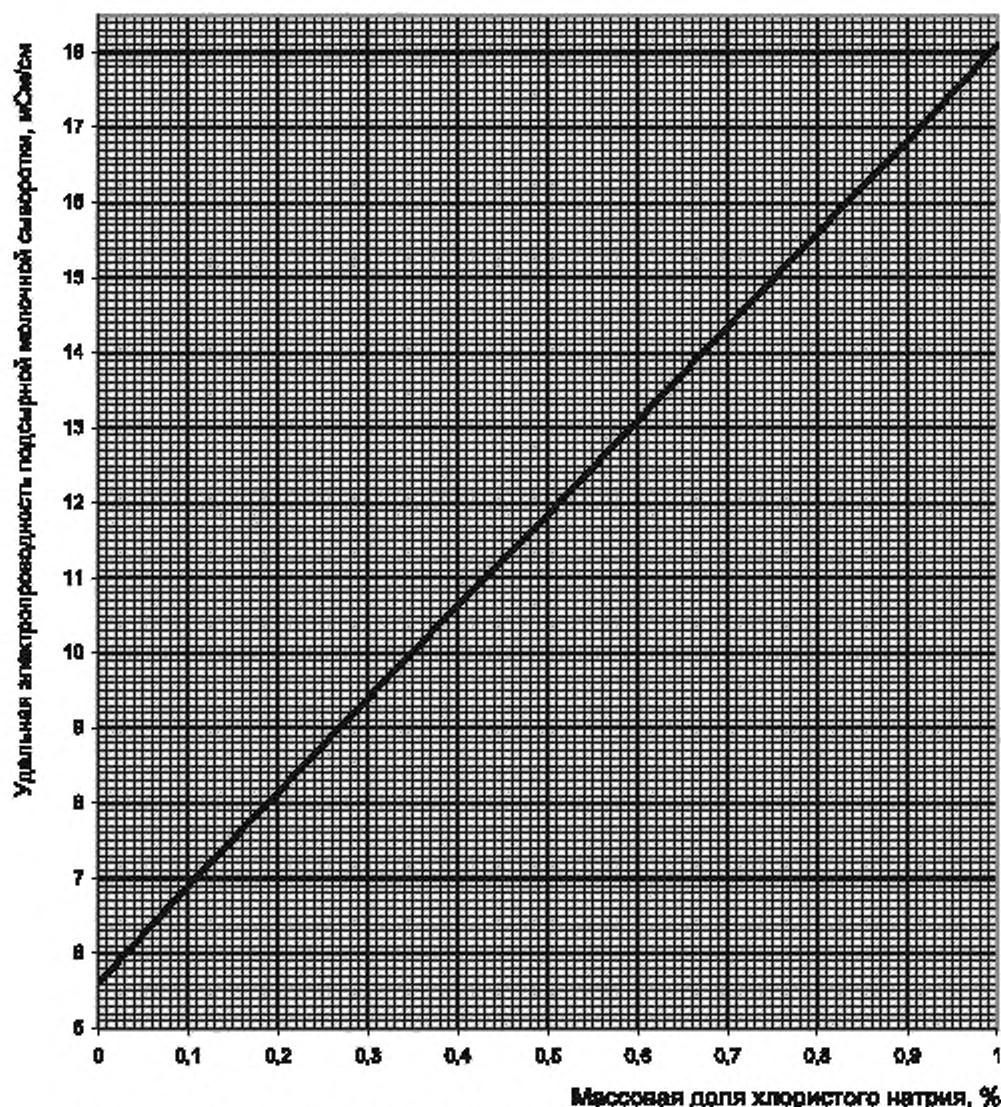


Рисунок 1 — Зависимость удельной электропроводности подсырной молочной сыворотки от массовой доли хлористого натрия в диапазоне от 0 % до 1 %

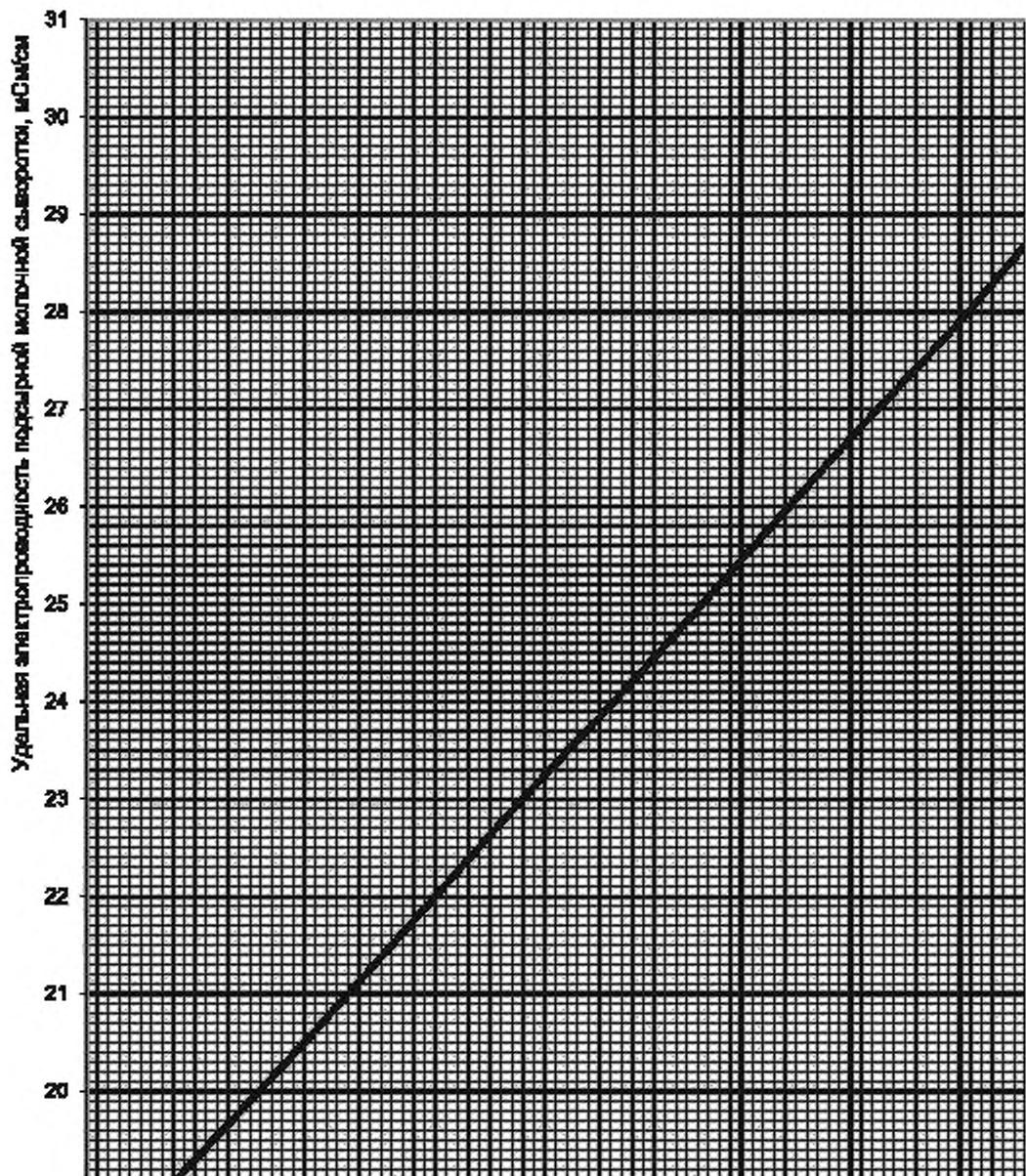


Рисунок 2 — Зависимость удельной электропроводности подсырной молочной сыворотки от массовой доли хлористого натрия в диапазоне 1 % — 2 %

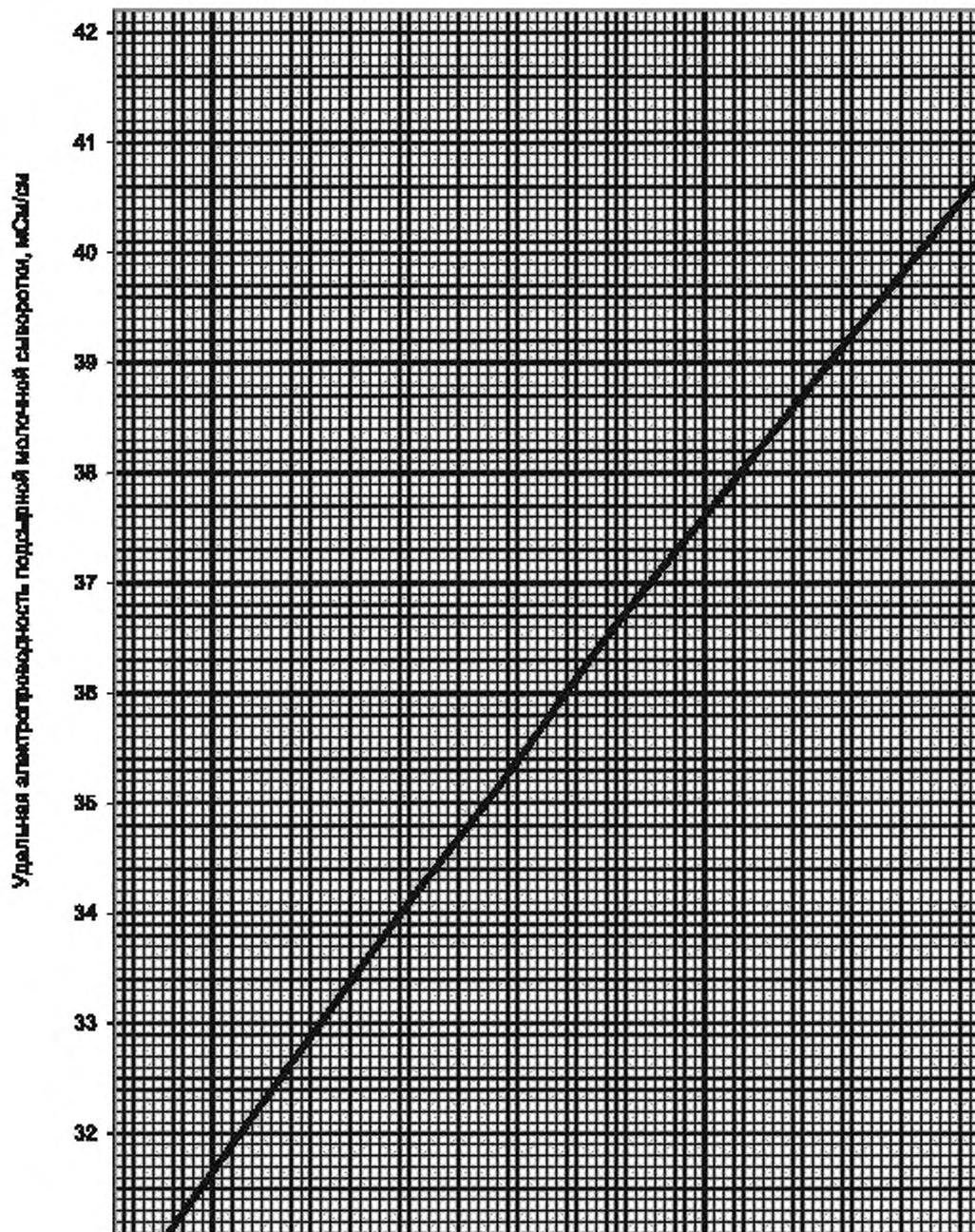


Рисунок 3 — Зависимость удельной электропроводности подсырной молочной сыворотки от массовой доли хлористого натрия в диапазоне 2 %—3%

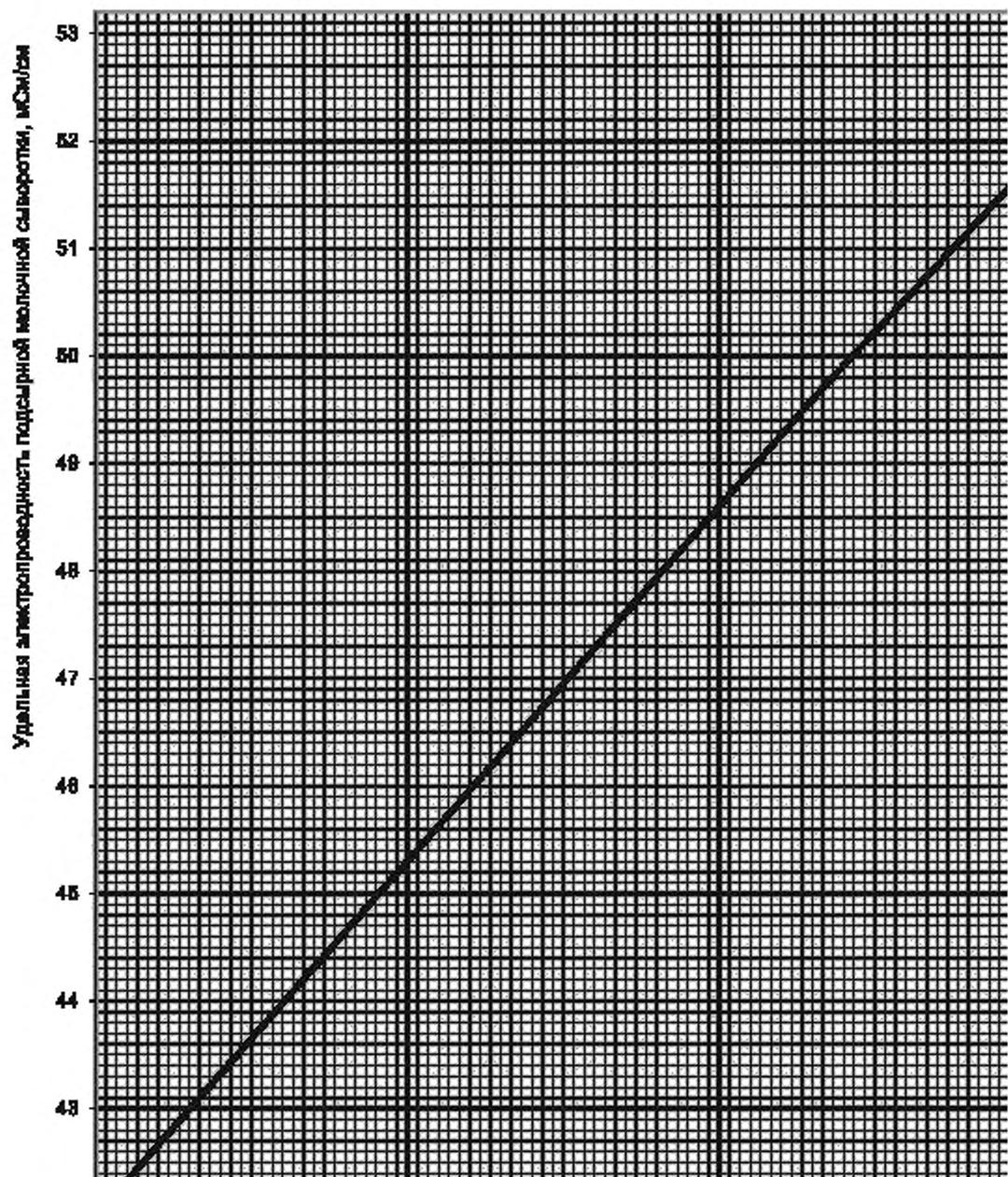


Рисунок 4 — Зависимость удельной электропроводности подсырной молочной сыворотки от массовой доли хлористого натрия в диапазоне 3 %—4 %

10.3 Результаты определения массовой доли хлористого натрия, %, при записи в документах представляют в виде

$$(X \pm \Delta) \text{ при } P = 0,95, \quad (2)$$

где X — окончательный результат определения, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, %.

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности.

11 Проверка приемлемости результатов измерений

11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли хлористого натрия в сыре, сырных продуктах и подсырной молочной сыворотке, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725—6.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли хлористого натрия в сыре, сырных продуктах и подсырной молочной сыворотке, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 1, %.

Если условие (3) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости с учетом требований ГОСТ ИСО 5725—6.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли хлористого натрия в сыре, сырных продуктах и подсырной молочной сыворотке, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725—6.

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми, если выполняется условие:

$$|X'_1 - X'_2| \leq R, \quad (4)$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли хлористого натрия в сыре, сырных продуктах и подсырной молочной сыворотке, полученные в двух лабораториях, в условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1, %.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725—6

11.3 Метрологические характеристики погрешности и ее составляющих при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Наименование показателя	Диапазон измерений	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Точность (границы абсолютной погрешности) $\pm \Delta$
Массовая доля хлористого натрия в сырах и сырных продуктах	От 0,1 до 7,0 включ.	0,343	0,345	0,06
Массовая доля хлористого натрия в подсырной молочной сыворотке	Св. 0,0 до 1,0 включ.	0,136	0,136	0,10
	Св. 1,0 до 2,0 включ.	0,088	0,089	0,14
	Св. 2,0 до 3,0 включ.	0,146	0,147	0,31
	Св. 3,0 до 4,0 включ.	0,172	0,172	0,61

12 Требования безопасности

12.1 При работе с электроустановками требования безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.1.019.

12.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

12.3 Помещение должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

Библиография

- [1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 033/2013 «О безопасности молока и молочной продукции», принятый Решением Совета Евразийской Экономической комиссии № 67 от 9 октября 2013 г.
- [2] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции», принятый Решением Комиссии Таможенного союза № 880 от 9 декабря 2011 г.

Ключевые слова: сыры, продукты сырные, водная вытяжка, подсырная молочная сыворотка, массовая доля хлористого натрия, кондуктометрический метод, удельная электропроводность, диапазон измерения, проверка приемлемости результатов измерений, повторяемость, воспроизводимость, метрологические характеристики погрешности

Редактор *А.Е. Минкина*
Технический редактор *И.Е. Черепков*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 06.12.2019. Формат 80×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,49.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов.

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Поправка к ГОСТ 33569—2015 Молочная продукция. Кондуктометрический метод определения массовой доли хлористого натрия

В каком месте	Напечатано	Должно быть	
Предисловие. Таблица согла- сования	—	Казахстан	KZ Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 7 2019 г.)