



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

САРЫ МАЙ

Құрамында ас тұзының болуын анықтау

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ

Определение содержания поваренной соли

ҚР СТ 2086-2011

(ISO 1738:2004, ISO 15648:2004, NEQ)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

САРЫ МАЙ

Құрамында ас тұзының болуын анықтау

КР СТ 2086-2011

(ISO 1738:2004, ISO 15648:2004, NEQ)

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Қоршаған орта нысандары. Өнеркәсіптік қалдықтар» экологиялық қауіпсіздік саласындағы №71 стандарттау жөніндегі ТК ӘЗІРЛЕП ЕҢГІЗДІ

2 Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2011 жылғы 12 тамыздағы № 411-од бұйрығымен **БЕКІТІЛПІ ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗІЛДІ**

3 Осы стандартта ISO 1738:2004 Butter – Determination of salt content (Қаймақ майы. Құрамындағы тұзды анықтау), ISO 15648:2004 Butter – Determination of salt content – Potentiometric method (Сары май. Құрамындағы тұзды анықтау. Потенциометриялық әдіс) халықаралық стандарттың талаптары ескерілген.

Халықаралық стандарттар стандарттау жөніндегі ISO/TC 34 техникалық комитеттімен, тамақ өнімдері, SC 5 қосалқы комитеттімен, Сүт және сүт өнімдері және Халықаралық сүт федерациясы (IDF) Халықаралық АОАС үйімімен бірлесіп әзірленген.

Мемлекеттік стандарттардың сілтеме жасалған халықаралық стандарттарға сәйкестігі туралы мәліметтер Д.А қосымшасында берілген.

Ағылшын тілінен аударылған (en).

Осы мемлекеттік стандартты әзірлеуге негіз болған Ресей Федерациясының Ұлттық стандарттың ресми басылымы техникалық регламенттер мен стандарттардың мемлекеттік қорында сақталған.

Сәйкестік дәрежесі – баламалы емес (NEQ).

**4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

2016 жыл

5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ

«Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мәтіні – ай сайынғы «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандарттың қайта қаралған немесе аудистырылған (жойылан) жағдайда, тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады».

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатының ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп, басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ**САРЫ МАЙ****Құрамында ас тұзының болуын анықтау****Енгізілген күні 2012-07-01****1 Қолданылу саласы**

Осы стандарт қаймақ майының құрамындағы тұз мөлшерін анықтау әдістерін бекітеді:

- құрамындағы тұз мөлшерін титриметриялық әдіспен анықтау;
- құрамындағы тұз мөлшерін потенциометриялық әдіспен анықтау.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік құжаттар қажет. Сілтеме жасалған құжаттың қолданылу мерзімі көрсетілгендері үшін тек сілтеме жасалған басылымын қолданады, ал қолданылу мерзімі көрсетілмегендегі үшін сілтемелік басылымын тек соңғы шыққан басылымын қолданады (онын барлық өзгертулерімен қоса):

Техникалық регламент «Өрт қауіпсіздігіне қойылатын жалпы талаптар», Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 ж. 16 қантардағы №14 Қаулысымен бекітілген.

Техникалық регламент «Нысандары қорғау үшін ерт техникасы қауіпсіздігіне қойылатын талаптар», Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 ж. 16 қантардағы №16 Қаулысымен бекітілген.

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік техникалық реттеу жүйесі. Қазақстан Республикасында халықаралық, өнірлік және шетелдік мемлекеттердің ұлттық стандарттарын, стандарттарға жөніндегі басқа нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ГОСТ 12.1.019-79 ЕКҚЖ. Электроқауіпсіздік. Қорғау түрлерінің жалпы талаптары және номенклатура.

ГОСТ 1277-75 Реактивтер. Азотқышқылды күміс. Техникалық шарттар.

ГОСТ 1770-74 Өлшеуіш зертханалық шыны ыдыс. Цилиндрлер, мензуркалар, колбалар, шынысауыттар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 4233-77 Реактивтер. Хлорлы натрий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4459-75 Реактивтер. Хромды-қышқылды калий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4461-77 Реактивтер. Азотты қышқыл. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6709-72 Дистилденген су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 19881-74 pH сүт және сут өнімдерін бакылауға арналған потенциометриялық талдаушытар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 26809-86 Сүт және сут өнімдері. Қабылдау ережелері, іріктеу әдістері және сынамаларды талдауға дайындау.

ГОСТ 28498-90 Сұйықтық шыны термометрлер. Жалпы техникалық талаптар. Сынау әдістері.

ГОСТ 29230-91 Зертханалық шыны ыдыстар. Градуирленген пипеткалар. 4-бөлім. Ісінген пипеткалар

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Зертханалық шын ыдыстар. Бюреткалар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Сынау әдісі мен нәтижелер дәлдігі (дұрыстығы және прецизиондығы). 1-бөлім. Негізгі ережелер және анықтаулар.

Ресми басылым

ҚР СТ 2086-2011

ГОСТ ИСО 5725-2-2002 Сынау әдісі мен нәтижелер дәлдігі (дұрыстығы және прецизиондығы). 2-бөлім. Өлшеудің стандартты әдісінің қайталаңушылығын және өнімділігін анықтаудың негізгі әдісі.

ИСО 707:2008 Сүт және сүт өнімдері. Сынамаларды іріктеу жөніндегі жетекшілік.

ЕСКЕРТПЕ Осы стандарттың қолдану кезінде жыл сайын шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткішінде және ай сайын шығарылатын ақпараттық көрсеткіштерде сілтеме жасалған стандарттардың ағымдағы жыл бойынша қолданылуын тексерген дұрыс. Егер сілтеме жасалған құжат орнына басқасы енгізілген (өзгерілген) болса, онда осы стандарттың қолдану кезінде орнына енгізілген (өзгерілген) құжатты жетекшілікке алу керек. Егер сілтеме жасалған құжат күші жойылған болса, орнына басқасы енгізілмесе, онда ол құжатқа сілтеме жасалған құжатқа тиісті емес бөліктерімен ғана қолданылады.

3 Әдістің мәні

3.1 Титриметриялық әдіс

Индикатор ретінде калий хроматын пайдаланып күміс нитраты қоспасын титрлеу арқылы ерітіндіде хлорды еріту (Мора реакциясы).

Индикатор ретінде калий хроматын пайдаланып күміс нитраты қоспасын титрлеу арқылы ерітіндіде хлоридті еріту

3.2 Потенциометрлік әдіс

Хлорид иондарын күміс нитраты қоспасын стандартты титрлеу арқылы потенциометриялық әдіспен титрлейді.

4 Өлшем құралдары, көмекші жабдықтар, материалдар мен реагенттер

4.1 Реагенттер

- дистилденген су ГОСТ 6709 бойынша;
- азотқышқылды күміс ГОСТ 1277 бойынша;
- хлорлы натрий ГОСТ 4233 бойынша;
- азотты қышқыл, х.ч. ГОСТ 4461 бойынша;
- калий хроматы ГОСТ 4459 бойынша;

4.2 Өлшем құралдары және көмекші жабдықтар

- потенциометриялық талдауыш ГОСТ 19881 бойынша;
- ионөлшеуіш И-130 немесе қолданыстағы нормативтік құжаттамаларға сәйкес 0,5 мВ аспайтын бөлу құны бар басқа өлшеуіш;

- қолданыстағы нормативтік құжаттамаларға сәйкес күміс электрод;
- қолданыстағы нормативтік құжаттамаларға сәйкес салыстырмалы сульфатты тотығу электроды;
- ГОСТ 24104 бойынша $\pm 0,001$ г абсолютті кателігі бар аз рұқсат етілген шектегі жоғары дәлдік класындағы талдау таразылары;
- өлшеуіш колбалар ГОСТ 1770 бойынша;
- 50, 100 см³ сыйымдылықтағы өлшеуіш цилиндрлер ГОСТ 1770 бойынша;
- градиурленген пипеткалар ГОСТ 29230 бойынша;
- 50 см³ сыйымдылықтағы қошқыл шыны бюреткалар ГОСТ 29251 бойынша;
- қолданыстағы нормативтік құжаттамаларға сәйкес магнитті араластыргыштар;
- 2 °C бөлу құнымен 0 °C ден 100 °C дейінгі сұйық шыны термометрлер ГОСТ 28498 бойынша.

1 ЕСКЕРТПЕ Талдау жасау үшін талдау үшін таза (т.ү.т.) санаттылардан төмен болмайтын реагенттер қолданылады.

2 ЕСКЕРТПЕ Баламалы метрологиялық сипаттамасы бар аппараттарды, өлшеу ыдыстарын, реагенттерді қолдануға рұқсат беріледі.

3 ЕСКЕРТПЕ Қолданылатын өлшеу құралдары Өлшем бірлігімен қамтамасыз ету саласындағы заңнамаларға сәйкес типті бекіту және метрологиялық аттестаттау, тексеру және Қазақстан Республикасының реестріне енгізу мақсатында сынаудан өтуге тиіс.

5 Өлшеуді орындауға қойылатын жалпы талаптар

5.1 Жұмысты қауіпсіз жүргізу шарттары

5.1.1 Талдауды іс жүзінде жасауға зертханаларда жұмыс істеу кезінде қауіпсіздік техникасы бойынша нұсқаулықтардан өткен (нұсқаулықтар журнالында белгіленген) және осы стандартпен танысқан мамандарға рұқсат етіледі.

5.1.2 Электрқұрылғылармен жұмыс кезінде электроқауіпсіздік - ГОСТ 12.1.019 бойынша.

5.1.3 Зертхана ғимараты 16.01.2009 ж. № 14 «Өрт қауіпсіздігіне қойылатын жалпы талаптар» техникалық регламенті бойынша өрт қауіпсіздігі талаптарына сәйкес болуы керек және 16.01.2009 ж. № 16 «Нысандарды қорғау үшін өрт техникасы қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентіне сәйкес өрт сөндіру құралдары болуы керек.

5.2 Маманың біліктілігіне қойылатын талаптар

Қолданылатын жабдықты пайдалану жөніндегі нұсқаулықтарды оқыған және зертхана техникасын қолдана алған маман ғана өлшеу жүргізе алады.

5.3 Өлшеу жүргізу шарттары

- коршаған ауа температурасы $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосфералық қысым $(84 - 106,7)$ кПа;
- салыстырмалы ылғалдылығы $(65 \pm 15) \%$.

6 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу ГОСТ 26809 бойынша, экспорттық-импорттық операциялар үшін ИСО 707 бойынша жүргізіледі.

7 Өлшеулерді орындауға дайындық

7.1 Стандартты 0,1 моль/дм³ шоғырланған күміс нитраты қоспасын (AgNO_3) дайындау

17 г күміс нитратын сыйымдылығы 1000 см³ өлшеуіш колбада ерітеді және дистилденген су деңгейіне дейін жеткізеді. 0,1 моль/дм³ шоғырланған күміс нитраты қоспасын түзету коэффициентін натрий хлориді (NaCl) бойынша анықтайды. Натрий хлоридін алдын ала 300 °C температурада 2 сағат бойы кептіріп алады. Қарангы жерде сактайды. Дайын ерітіндін қолдануға болады.

7.2 Титриметриялық әдіс

7.2.1 Калий хроматының индикаторлық ерітіндісі.

50 г калий хроматын (K_2CrO_4) 1000 см³ дистилденген суда ерітеді.

7.3 Потенциометриялық әдіс

7.3.1 Азот қышқылы (HNO_3) = 4 моль/дм³

4 моль/дм³ шоғырланған молярлы азот қышқылы ерітіндісін дайындаіды.

8 Сынау жүргізу

8.1 Өлшеуді титриметриялық әдіспен жүргізу

8.1.2 Титрлеуге арналған колбага 4,5 г ден 5,5 г дейін сынаманы салады және оған 100 см³ қайнаган су құяды немесе қайнаганша қыздырады. Ідістегі қоспаны шайқап

араластырады.

8.1.3 Титрлеуді 50 °C температурада жүргізеді. Бұл температура сарғылт түстін пайда болуына әсер ететін сут қаймағының коагуляция процесін болдырмауға ықпал етеді.

8.1.4 Ідистағы қоспаны тұндырады, оған 2 см³ калий хроматы ерітіндісін қосады және сарғылт түс пайда болғанға дейін күміс нитраты ерітіндісімен титрлейді.

8.1.5 Бос анықтау

Бос анықтауды жоғарыда сипатталған сынамаларсыз жүргізеді.

8.1.6 Нәтижелерді өндөу

8.1.6.1 Қаймақ майындағы тұздың үлестік салмағын w, % 1-тендеу бойынша есептейді.

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times 5,844 \text{ c} \times K}{m}, \quad (1)$$

Мұндағы: V₁ – сынамаларды титрлеуге кеткен күміс нитраты қоспасының шығыны, см³;

V₀ – бос сынаманы титрлеуге кеткен күміс нитраты қоспасының шығыны, см³;

c – күміс нитратының шоғырлануы, моль/дм³;

m – сынама салмағы, г;

5,844 – NaCl салмағы, 1 моль/дм³, г молярлық шоғырлануымен 1 см³ стандартты қоспадағы күміс нитратының эквивалентті салмағы;

K – 0,1 моль/дм³ күміс нитраты қоспасының түзету коэффициенті.

8.1.6.2 Шоғырлануы 14,53 г/дм³ күміс нитраты қоспасын және 0,01 г дейінгі дәлдікпен өлшемен 5 г сынаманы пайдалану кезінде қаймақ майындағы тұздың үлестік салмағын w, % 2-тендеу бойынша есептейді.

$$w = \frac{(V_1 - V_0)}{10}. \quad (2)$$

Мұндағы: V₁ – титрленген сынамада (14,53 г/дм³) күміс нитраты қоспасының шығыны, см³;

8.2 Өлшеуді потенциометриялық әдіспен жүргізу

8.2.1 Титрлеуге арналған колбага 2 г ден 4 г дейін сынаманы салады және оған 100 см³ қайнаған су құяды немесе 100 см³ сүық су құйып қайнағанша қыздырады. Алынған қоспаны 55 °C температурага дейін сұтады.

Потенциометриялық титрлеуге арналған ыдысты электромагнитті араластырышқа бекітеді, алынған қоспаға электродтарды барынша төрөн батырады және бюреткалар көмегімен стандартты күміс нитраты қоспасын аз мөлшерде коса отырып титрлейді. Титрлеуді үздіксіз араластыра отырып бірқалыпты жүргізу керек. Қажетті әлеует деңгейіне жеткен соң, әлеуеттің өзгеруі салыстырмалы түрде түркіткіштің күнгіне жеткенші титрлеуді жалғастыра береді.

Қын титрлену кезінде титрлеуді бастағанға дейін 2 см³ – 3 см³ азот қышқылы ерітіндісін қосады.

8.2.2 Бос анықтау

Бос анықтауды жоғарыда сипатталған сынамаларсыз жүргізеді.

8.2.3 Нәтижелерді өндөу

8.2.3.1 Қаймақ майындағы тұздың үлестік салмағын w, % 1-тендеу бойынша есептейді (8.1.6.1).

9 Сынау нәтижелерінің дәлдігін бақылау

Өлшеу (кайталаңушылығы және өнімділігі) дәлдігін бақылау ГОСТ ИСО 5725-1 және ГОСТ ИСО 5725-2 талаптарына сәйкес жүргізіледі.

9.1 Титриметриялық әдіс

9.1.1 Қайталаңушылығы

Аздаған уақыт аралығында бірдей жабдықтарды пайдаланып, бірдей жағдайда бір зертханада, бір мамандың қолымен талдау жасалған, бірдей сынама материалдарын пайдаланып, бірдей әдістерді қолдану кезінде алынған жекелеген екі нәтижелер арасындағы абсолюттік айырмашылығы 0,03 % аспайтын (үлестік салмағы) 5% ғана болуы керек.

9.1.2 Өнімділігі

Әр түрлі жабдықтарды пайдаланып, әр түрлі жағдайда бір зертханада, басқа мамандардың қолымен талдау жасалған, әр түрлі сынама материалдарын пайдаланып, әр түрлі әдістерді қолдану кезінде алынған жекелеген екі талдама арасындағы абсолюттік айырмашылығы 0,05 % аспайтын (үлестік салмағы) 5% ғана болуы керек.

9.2 Потенциометриялық әдіс

9.2.1 Зертханааралық талдау

Әдістің дәлдігін зертханааралық талдау нәтижелері туралы егжей-тегжейлі А қосымшасында берілген.

Осы зертханааралық талдау нәтижелерінің мәні шоғырлану шегіндегі нәтижелерден айырмашылығы болуы мүмкін.

9.2.2 Қайталаңушылығы

Аздаған уақыт аралығында бірдей жабдықтарды пайдаланып, бірдей жағдайда бір зертханада, бір мамандың қолымен талдау жасалған, бірдей сынама материалдарын пайдаланып, бірдей әдістерді қолдану кезінде алынған жекелеген екі нәтижелер арасындағы абсолюттік айырмашылығы 0,5 % аспайтын (үлестік салмағы) 5% ғана болуы керек.

9.2.3 Өнімділігі

Әр түрлі жабдықтарды пайдаланып, әр түрлі жағдайда бір зертханада, басқа мамандардың қолымен талдау жасалған, әр түрлі сынама материалдарын пайдаланып, әр түрлі әдістерді қолдану кезінде алынған жекелеген екі талдама арасындағы абсолюттік айырмашылығы 0,08 % аспайтын (үлестік салмағы) 5% ғана болуы керек.

10 Сынау хаттамасы

Сынау туралы есеп беруде мыналар қамтылуға тиіс:

- а) үлгі атауы;
- б) осы стандартқа жасалған сілтеме;
- в) нәтижелерді беру;
- г) осы әдістен ауытқыган кез келген жағдайлар және нәтижеге әсер етуі мүмкін жағдайлар туралы мәліметтер.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Зертханааралық талдау нәтижелері

A.1 Талдау он бір зертхана базасында, алты әр түрлі қаймақ майының сыйнамаларына жасалды. Эрбір сыйнама тендей екі болікке бөлініп, 12 сыйнама алынды.

Осы талдауды Норвегия тамақ өнімдерін және қоршаған ортаны зерттеу институты ұйымдастырып жасады. Алынған нәтижелер ИСО 5725-1 және ИСО 5725-2 талаптарына сәйкес статистикалық әдіспен талданды (A.1 кесте).

Алынған нәтижелер негізінде, r қайталанушылық шегі 0,05 % шегінде анықталды. Өнімділік шегі R 0,08 % шегінде анықталды.

A.1-кесте. Зертханааралық талдау нәтижелері

	Май үлгілері						
	A	B	C	D	E	F	орташа ^b
Зертхана номірі	10	10	10	11	9	11	
Орташа мәні ^a	1,388	1,306	1,051	0,015	2,027	1,295	
Қайталанушылықтың стандартты ауытқуы, s_r ^a	0,016	0,017	0,017	0,003	0,016	0,023	0,018
Қайталанушылықтың вариациялық коэффициенті ^a	1,13	1,43	1,65	20,73	0,77	1,81	1,36
Қайталанушылық шегі, r ($= 2,8 s_r$) ^a	0,044	0,052	0,048	0,008	0,044	0,066	0,051
Өнімділігінің стандартты ауытқуы, s_R ^a	0,023	0,041	0,024	0,013	0,025	0,026	0,028
Өнімділігінің вариациялық коэффициенті ^a	1,62	3,16	2,32	88,80	1,22	2,04	2,07
Өнімділігінің шегі R ($= 2,8 s_R$) ^a	0,063	0,115	0,068	0,036	0,069	0,074	0,078

^a Пайыздары үлестік салмағы.

^b Д майының сыйнамасынсыз орташа мәні.

A.2 9.2 бойынша қосымша талдау жасалды. Талдау титрлеуге дейін азот қышқылының қосылған-қосылмағанын тексеру мақсатында жасалды. Алынған нәтижелердегі мардымсыз өзгерістер түрлендірілген және түрлендірілмеген әдістерді колдану кезінде бекітілген жоқ.

Азот қышқылы қосылған жағдайдағы алынған талдау (түрлендірілген әдіс) нәтижелері A.2 кестесінде берілді.

A.2-кесте. HNO₃ қолданылған зертханааралық талдау нәтижелері

	Май үлгілері						
	A	B	C	D	E	F	орташа ^b
Зертхана номірі	9	10	10	10	9	11	
Орташа мәні ^a	1,385	1,314	1,047	0,017	2,021	1,297	
Қайталанушылықтың стандартты ауытқуы, s_r ^a	0,012	0,010	0,013	0,002	0,011	0,023	0,014
Қайталанушылықтың вариациялық коэффициенті ^a	0,88	0,80	1,21	12,68	0,52	1,75	1,03
Қайталанушылық шегі, r ($= 2,8 s_r$) ^a	0,034	0,029	0,035	0,006	0,030	0,064	0,038
Өнімділігінің стандартты ауытқуы, s_R ^a	0,021	0,020	0,013	0,015	0,040	0,030	0,025
Өнімділігінің вариациялық коэффициенті ^a	1,52	1,50	1,29	90,88	1,97	2,29	1,97
Өнімділігінің шегі R ($= 2,8 s_R$) ^a	0,059	0,055	0,038	0,043	0,112	0,083	0,069

^a Пайыздары үлестік салмағы.

^b Д майының сыйнамасынсыз орташа мәні.

Д.А қосымшасы
(акпараттык)

**Мемлекеттік стандарттардың сілтеме жасалған халықаралық стандарттарға
сәйкестігі туралы мәліметтер**

Халықаралық стандарттың белгіленуі мен атауы	Сәйкестік деңгейі	Мемлекеттік стандарттың белгіленуі мен атауы
ISO 1738:2004 Қаймақ майы. Құрамындағы тұзды анықтау	—	—
ISO 15648:2004 Қаймақ майы. Құрамындағы тұзды анықтау. Потенциометриялық әдіс.	—	—

ӘОЖ 637.2:006.35

МСЖ 67.100.20

Түйінді сөздер: титриметриялық әдіс, потенциометриялық әдіс, ас тұзы.



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ
Определение содержания поваренной соли

СТ РК 2086-2011

(ISO 1738:2004, ISO 15648:2004, NEQ)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии и ТК по стандартизации № 71 в области экологической безопасности «Объекты окружающей среды. Промышленные отходы».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 12 августа 2011г. № 411-од.

3 Настоящий стандарт учитывает требования международных стандартов ISO 1738:2004 Butter – Determination of salt content (Масло сливочное. Определение содержания соли), ISO 15648:2004 Butter – Determination of salt content – Potentiometric method (Сливочное масло. Определение содержания соли. Потенциометрический метод).

Международные стандарты разработаны техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34, Пищевые продукты, Подкомитетом SC 5, Молоко и молочные продукты и Международной молочной федерацией (IDF) при сотрудничестве с Международной АОАС.

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены дополнительно в Приложение Д.А.

Перевод с английского языка (ен).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на который имеются ссылки, находится в РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии.

Степень соответствия - неэквивалентная (NEQ).

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2016 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МАСЛО СЛИВОЧНОЕ
Определение содержания поваренной соли

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания соли в сливочном масле:

- определение содержания соли титриметрическим методом;
- определение содержания соли потенциометрическим методом.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

Технический регламент «Общие требования к пожарной безопасности» от 16.01.2009 № 14, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» от 16.01.2009 № 16, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 1277-75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4459-75 Реактивы. Калий хромово-кислый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 19881-74 Анализаторы потенциометрические для контроля pH молока и молочных продуктов. Общие технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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 29230-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные.

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюretki. Часть 1. Общие требования.

СТ РК 2086-2011

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

ИСО 707:2008 Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

3.1 Титриметрический метод

Растворенные хлориды в растворе подвергают титрованию раствором нитрата серебра, с использованием хромата калия в качестве индикатора (реакция Мора).

3.2 Потенциометрический метод

Ионы хлорида титруют потенциометрическим методом с помощью стандартного титрованного раствора нитрата серебра.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

4.1 Реактивы

- дистилированная вода по ГОСТ 6709;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- азотная кислота, х.ч. по ГОСТ 4461;
- хромат калия по ГОСТ 4459;

4.2 Средства измерений и вспомогательное оборудование

- анализатор потенциометрический по ГОСТ 19881;
- иономер И-130 или другой с ценой деления не более 0,5 мВ, в соответствии действующей нормативной документацией;
- электрод серебряный в соответствии действующей нормативной документацией;
- сравнительный сульфатный ртутный электрод в соответствии действующей нормативной документацией;
- весы аналитические высокого класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г по ГОСТ 24104;
- мерные колбы по ГОСТ 1770;
- цилиндры мерные вместимостью 50, 100 см³ по ГОСТ 1770;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29230;
- бюретки из темного стекла вместимостью 50 см³ по ГОСТ 29251;
- мешалка магнитная в соответствии действующей нормативной документацией;
- термометры жидкостные стеклянные от 0 °C до 100 °C с ценой деления 2 °C по ГОСТ 28498.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Для проведения анализа применяются реактивы не ниже квалификации чистые для анализа (ч.д.а.).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, реактивы имеющие аналогичные метрологические характеристики или выше.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения

типа или метрологической аттестации, поверке и внесению в реестр Республики Казахстан в соответствии с законодательством в области обеспечения единства измерений.

5 Общие требования к выполнению измерений

5.1 Условия безопасного проведения работ

5.1.1 К практическому выполнению анализов допускаются специалисты, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории (с отметкой в журнале инструктажа) и ознакомившиеся с настоящим стандартом.

5.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

5.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по Техническому регламенту «Общие требования к пожарной безопасности» от 16.01.2009 № 14 и иметь средства пожаротушения в соответствии с Техническим регламентом «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» от 16.01.2009 № 16.

5.2 Требования к квалификации специалистов

Измерения может проводить специалист, владеющий техникой лабораторных работ и изучивший инструкцию по эксплуатации, используемого оборудования.

5.3 Условия выполнения измерений

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление $(84 - 106,7)$ кПа;
- относительная влажность $(65 \pm 15)\%$.

6 Отбор проб

Отбор проб по – ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций – по ИСО 707.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Приготовление стандартного раствора нитрата серебра (AgNO_3) с концентрацией $0,1$ моль/дм 3 .

Растворяют 17 г нитрата серебра в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Коэффициент поправки к раствору нитрата серебра с концентрацией $0,1$ моль/дм 3 определяют по хлориду натрия (NaCl), который предварительно высушивают при температуре $300\text{ }^\circ\text{C}$ в течении 2 ч. Хранить раствор в темном месте. Возможно использование готового раствора.

7.2 Титrimетрический метод

7.2.1 Индикаторный раствор хромата калия

Растворяют 50 г хромата калия (K_2CrO_4) в 1000 см^3 дистиллированной воды.

7.3 Потенциометрический метод

7.3.1 Азотная кислота $c(\text{HNO}_3) = 4$ моль/дм 3

Готовят раствор азотной кислоты с молярной концентрацией 4 моль/дм 3 .

8 Проведение испытания

8.1 Выполнение измерений титrimетрическим методом

8.1.2 В колбу для титрования помещают от $4,5$ г до $5,5$ г пробы и добавляют 100 см^3 кипящей воды или 100 см^3 холодной воды и нагревают до кипения. Содержимое сосуда перемешивают.

8.1.3 Титрование проводят при температуре $50\text{ }^\circ\text{C}$. Эта температура позволяет

СТ РК 2086-2011

предотвратить процесс коагуляции молочного жира, что влияет на появление оранжевого оттенка.

8.1.4 Содержимое колбы остужают, добавляют 2 см³ раствора хромата калия и титруют раствором нитрата серебра до появления оранжевого оттенка.

8.1.5 Холостое определение

Холостое определение проводят методом, описанным выше без пробы.

8.1.6 Обработка результатов

8.1.6.1 Массовую долю содержания соли в сливочном масле w, % вычисляют по Формуле 1:

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times 5,844 \cdot c \cdot K}{m}, \quad (1)$$

где V₁ – расход раствора нитрата серебра на титрование пробы, см³;

V₀ – расход раствора нитрата серебра на титрование холостой пробы, см³;

c – концентрация нитрата серебра, моль/дм³;

m – масса пробы, г;

5,844 – масса NaCl, эквивалентная массе нитрата серебра в 1 см³ стандартного раствора с молярной концентрацией 1 моль/дм³, г;

K – коэффициент поправки к раствору нитрата серебра 0,1 моль/дм³.

8.1.6.2 При использовании раствора нитрата серебра с концентрацией 14,53 г/дм³ и 5 г пробы, взвешенной с точностью до 0,01 г, массовую долю содержания соли в сливочном масле w, % вычисляют по Формуле 2:

$$w = \frac{(V_1 - V_0)}{10}. \quad (2)$$

где V₁ – расход раствора нитрата серебра (14,53 г/дм³) на титрование пробы, см³;

8.2 Выполнение измерений потенциометрическим методом

8.2.1 В колбу для титрования помещают от 2 г до 4 г пробы и добавляют 100 см³ кипящей воды или 100 см³ холодной воды и нагревают до растворения пробы. Полученную массу остужают до температуры 55 °C.

Сосуд для потенциометрического титрования устанавливают на электромагнитную мешалку, погружают электроды в полученную массу как можно глубже и титруют стандартным раствором нитрата серебра с помощью бюретки, добавляя его небольшими порциями. Титрование необходимо проводить равномерно постоянно помешивая. После достижения скачка потенциала продолжают титрование до тех пор, пока изменение потенциала станет относительно постоянным.

При затруднительном титровании до начала титрования добавляют 2 см³ – 3 см³ раствора азотной кислоты.

8.2.2 Холостое определение

Холостое определение проводят методом, описанным выше без пробы.

8.2.3 Обработка результатов

8.2.3.1 Массовую долю содержания соли в сливочном масле w, % вычисляют по Формуле 1 (8.1.6.1).

9 Контроль точности результатов испытания

Контроль точности измерений (повторяемость и воспроизводимость) производят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2.

9.1 Титриметрический метод

9.1.1 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами, полученными при использовании одинаковых методов и с использованием идентичного пробного материала в условиях одной и той же лаборатории при исполнении анализа одним и тем же лаборантом и при использовании одинакового оборудования в небольшой промежуток времени должна составлять в 5 % случаев не более чем 0,03 % (массовая доля).

9.1.2 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами отдельных анализов при использовании одинаковых методов и идентичного пробного материала в разных лабораториях при исполнении анализа разными лаборантами и на разном оборудовании должна составлять в 5 % случаев не более чем 0,05 % (массовая доля).

9.2 Потенциометрический метод

9.2.1 Межлабораторный анализ

Подробности о результатах межлабораторного анализа на точность метода приведены в Приложении А.

Значения, полученные в данном межлабораторном анализе, могут отличаться от полученных результатов в пределах концентрации.

9.2.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами, полученными при использовании одинаковых методов и с использованием идентичного пробного материала в условиях одной и той же лаборатории при исполнении анализа одним и тем же лаборантом и при использовании одинакового оборудования в небольшой промежуток времени должна составлять в 5 % случаев не более чем 0,5 % массовой доли.

9.2.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами отдельных анализов при использовании одинаковых методов и идентичного пробного материала в разных лабораториях при исполнении анализа разными лаборантами и на разном оборудовании должна составлять в 5 % случаев не более чем 0,08 % массовой доли.

10 Протокол испытаний

Отчет об испытании должен включать следующую информацию:

- а) наименование образца;
- б) ссылку на настоящий Стандарт;
- в) выражение результатов;
- г) любое отклонение от настоящего метода и сообщения об обстоятельствах, которые могли повлиять на результаты.

Приложение А
(информационное)

Результаты межлабораторного анализа

А.1 Анализ проводился на базе одиннадцати лабораторий, шести различных проб сливочного масла. Каждая пробы была разделена на две равные части, что дало 12 проб.

Данный анализ был организован и проведен Норвежским Институтом анализа пищи и окружающей среды. Полученные результаты были проанализированы статистическими методами в соответствии с требованиями ИСО 5725-1 и ИСО 5725-2 (Таблица А.1).

На основании полученных результатов, предел повторяемости r определен в пределах 0,05 %. Предел воспроизводимости R определен в пределах 0,08 %.

Таблица А.1 Результаты межлабораторного анализа

	Образцы масла						
	A	B	C	D	E	F	среднее ^b
Номер лаборатории	10	10	10	11	9	11	
Среднее значение ^a	1,388	1,306	1,051	0,015	2,027	1,295	
Стандартное отклонение повторяемости, s_r ^a	0,016	0,017	0,017	0,003	0,016	0,023	0,018
Вариационный коэффициент повторяемости ^a	1,13	1,43	1,65	20,73	0,77	1,81	1,36
Предел повторяемости, r ($= 2,8 s_r$) ^a	0,044	0,052	0,048	0,008	0,044	0,066	0,051
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R ^a	0,023	0,041	0,024	0,013	0,025	0,026	0,028
Вариационный коэффициент воспроизводимости ^a	1,62	3,16	2,32	88,80	1,22	2,04	2,07
Предел воспроизводимости, R ($= 2,8 s_R$) ^a	0,063	0,115	0,068	0,036	0,069	0,074	0,078

^a Массовая доля в процентах.

^b Среднее значение без пробы масла D.

А.2 Был проведен дополнительный анализ по 9.2. Анализ проводился с целью проверки возможности добавления азотной кислоты до титрования. Значительных изменений в полученных результатах не установлено при использовании немодифицированного и модифицированного метода.

Результаты анализа, полученные при добавлении азотной кислоты (модифицированный метод) приведены в Таблице А.2.

Таблица А.2 Результаты межлабораторного анализа с применением HNO_3

	Образцы масла						
	A	B	C	D	E	F	среднее ^b
Номер лаборатории	9	10	10	10	9	11	
Среднее значение ^a	1,385	1,314	1,047	0,017	2,021	1,297	
Стандартное отклонение повторяемости, s_r ^a	0,012	0,010	0,013	0,002	0,011	0,023	0,014
Вариационный коэффициент повторяемости ^a	0,88	0,80	1,21	12,68	0,52	1,75	1,03
Предел повторяемости, r ($= 2,8 s_r$) ^a	0,034	0,029	0,035	0,006	0,030	0,064	0,038
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R ^a	0,021	0,020	0,013	0,015	0,040	0,030	0,025
Вариационный коэффициент воспроизводимости ^a	1,52	1,50	1,29	90,88	1,97	2,29	1,97
Предел воспроизводимости, R ($= 2,8 s_R$) ^a	0,059	0,055	0,038	0,043	0,112	0,083	0,069

^a Массовая доля в процентах.

^b Среднее значение без пробы масла D.

Приложение Д.А
(информационное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным документам

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 1738:2004 Масло сливочное. Определение содержания соли	—	—
ISO 15648:2004 Сливочное масло. Определение содержания соли. Потенциометрический метод	—	—

УДК 637.2:006.35

МКС 67.100.20

Ключевые слова: титриметрический метод, потенциометрический метод, поваренная соль.

Басуға _____ ж. кол қойылды. Пішімі 60x84 1/16 Қағазы оғсеттік.

Қаріп түрі «Times New Roman»

Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана.

Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау жөне сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік
кәсіпорны

010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй

«Эталон орталығы» ғимараты

Тел.: 8(7172) 240074, 793324