

ГОСТ Р 51463—99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЗЕИНЫ СЫЧУЖНЫЕ И КАЗЕИНАТЫ

Метод определения массовой доли 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. 618-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 5545—78 «Сычужные казеины и казеинаты. Определение 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 без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

КАЗЕИНЫ СЫЧУЖНЫЕ И КАЗЕИНАТЫ

Метод определения массовой доли золы

Rennet caseins and caseinates. Method for determination of ASH content

Дата введения 2002—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сычужные казеины и казеинаты (за исключением аммонийного) и устанавливает метод определения массовой доли золы сжиганием контрольной пробы при температуре $(825 \pm 25) ^\circ\text{C}$.

Метод определения основан на минерализации навески продукта при температуре $(825 \pm 25) ^\circ\text{C}$ и вычислении массовой доли 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 Р 51464—99 Казеины и казеинаты. Метод определения массовой доли влаги

ОСТ 16.0.801.397—87 Электропечи сопротивления лабораторные. Общие технические условия

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

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

массовая доля золы в сычужных казеинах и казеинатах: Частное от деления массы остатка навески продукта после минерализации на массу навески продукта, умноженное на 100.

* 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 международного стандарта. С 11 августа 2008 г. действует ИСО 707:2008.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

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

Баня водяная с регулируемым обогревом.

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Тигли кварцевые по ГОСТ 19908, типа ТКВП, диаметром 48 мм и высотой 53 мм или тигли фарфоровые по ГОСТ 9147, диаметром 45 мм и высотой 5 мм или диаметром 55 мм и высотой 70 мм.

Щипцы тигельные.

Измельчающее устройство, позволяющее измельчать пробу без нагрева, потери или поглощения влаги.

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

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных.

5 Отбор проб

Отбор и подготовка проб — 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 см³ помещают (50 ± 1) г казеината или казеина, закрывают колбу пробкой и перемешивают образец десятикратным переворачиванием и встряхиванием колбы.

6.1.2 Тщательно перемешанную пробу переносят и 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, то вновь (50 ± 1) г пробы измельчают на измельчающем устройстве. Затем пробу полностью просеивают и 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 Подготовка тиглей

6.2.1 Два тигля прокаливают 60 мин в муфельной печи при температуре (825 ± 25) °С. Затем помещают их в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и измеряют массу тигля с отсчетом результата до 0,1 мг.

7 Проведение определения

7.1 В два тигля помещают навески массой $(3,0 \pm 0,2)$ г каждая, выделенные из подготовленной пробы, и взвешивают с отсчетом результата до 0,1 мг. Тигли с содержимым выдерживают на электрической плитке в вытяжном шкафу до полного обугливания пробы, не допуская воспламенения.

7.2 Помещают тигли в муфельную печь и выдерживают 60 мин при температуре (825 ± 25) °С до полного сгорания углерода и появления белого цвета золы, то есть озолоения навески. Затем тигли помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. Оставшие тигли взвешивают с отсчетом результата до 0,1 мг.

7.3 Навеску вновь помещают в муфельную печь и повторяют озолоение, охлаждают и взвешивают до тех пор, пока разность двух последовательных взвешиваний будет не более 1,0 мг или начнет увеличиваться. За окончательный результат определения берут среднеарифметическое значение двух последних взвешиваний.

Вычисления проводят до второго знака после запятой с последующим округлением результатов определения до первого знака после запятой.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю золы $W_1, \%$, вычисляют по формуле

$$W_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_0 — масса навески, г;

m_1 — масса тигля с золой, г;

m_2 — масса пустого подготовленного тигля, г, по 6.2.1.

8.2 Массовую долю золы в пересчете на сухое вещество $W_2, \%$, вычисляют по формуле

$$W_2 = W_1 \times \frac{100}{100 - W_u}, \quad (2)$$

где W_u — массовая доля влаги в навеске, %. Определение массовой доли влаги — по ГОСТ Р 51464.

9 Метрологические характеристики

9.1 Сходимость

Разность двух результатов определений, полученных при анализе одной и той же пробы одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, не должна превышать 0,15 % массовой доли золы в интервале доверительной 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 0,25 % массовой доли золы в интервале доверительной вероятности $P = 0,95$.

Ключевые слова: определение, казеин, казеинаты, минерализация, массовая доля золы, сходимость, воспроизводимость
