
ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EASC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ

—

202

(проект, RU, первая
редакция)

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения кислотности и щелочности

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Минск

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности – филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИКП – филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от _____ № _____)

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

4 ВЗАМЕН ГОСТ 5898 – 87

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

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»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

Содержание

1 Область применения.....	
2 Нормативные ссылки	
3 Условия проведения измерений.....	
4 Требования безопасности	
5 Требования к квалификации оператора	
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы.....	
7 Определение кислотности титрованием.....	
8 Определение щелочности титрованием....	
9 Определение кислотности и щелочности потенциометрическим методом.....	
10 Определение активной кислотности (рН) потенциометрическим методом	

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ
Методы определения кислотности и щелочности

Confectionery
Methods for determination of acidity and alkalinity

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на методы определения кислотности и щелочности титрованием, определения кислотности и щелочности потенциометрическим методом и активной кислотности (рН) потенциометрическим методом в кондитерских изделиях, сырье и полуфабрикатах для их производства.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

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

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

ГОСТ 3118 (СТ СЭВ 4276) Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ ИСО 5725-6–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5904 Изделия кондитерские. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 15844 Упаковка стеклянная для молока и молочных продуктов. Общие технические условия

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 21400 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29252 (ИСО 385-2) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

П р и м е ч а н и е – 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 документ 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 документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха.....(20 ± 5) °С;
- атмосферное давление.....(93.3 – 107) кПа;
- относительная влажность воздуха.....не более 75 %;
- напряжение в сети.....(220 ± 10) В.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории, освоивший метод и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Бромтимоловый синий (1 г растворяют в 100 см³ этилового спирта).

Бумага лакмусовая синяя индикаторная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

Бюретки 1-2-25-0,1 или 1-2-50-0,1, или 3-2-25-0,1 или 3-2-50-0,1 по ГОСТ 29252.

Бутылки типа 1-500 или 2-500 по ГОСТ 15844.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 класса точности I с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,001$ г.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Воронки В-56-80 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Капельницы 2-50 ХС или 3-7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Колба мерная отливная 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-100-34 ТС или Кн-2-250-34 ТС, или Кн-2-500-34 ТС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Пестики 1 или 2, или 3 по ГОСТ 9147.

Пипетки 2-2-50 или 3-2-50 по ГОСТ 29169.

рН-метр с диапазоном измерения от минус 1 до 14 ед. рН с погрешностью измерения не более $\pm 0,05$.

Стаканы В-1-50 ТС или В-2-50 ТС, В-1-100 ТС или В-2-100 ТС, В-1-150 ТС или В-2-150 ТС, В-1-250 ТС или В-2-250 ТС, В-1-400 ТС или В-2-400 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы 4 или 5 по ГОСТ 9147.

Ступки 4 или 5, или 6 по ГОСТ 9147.

Термометр типа Б с диапазоном измерения от 0 °С до 150 °С с ценой деления не более 2 °С по НТД, ГОСТ 28498 или другие термометры, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Цилиндры отливные 1-50 или 3-50, 1-100 или 3-100, 1-250 или 3-250 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а. или калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., растворы концентрации $c(\text{NaOH}$ или $\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) или стандарт-титры (фиксаналы) в ампулах концентрации $c(\text{NaOH}$ или $\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов для рН-метрии.

Фенолфталеин по НТД спиртовой раствор массовой долей 1 % по ГОСТ 4919.1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а. или х. ч.; раствор концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.) или стандарт-титр (фиксанал) в ампулах концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а. или х. ч.; раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.) или стандарт-титр (фиксанал) в ампулах концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.).

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования и посуды с техническими характеристиками, обеспечивающих необходимую точность измерения, не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже, указанных в настоящем стандарте.

7 Определение кислотности титрованием

7.1 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации кислоты, содержащейся в навеске, гидроокисью натрия (гидроокисью калия) в присутствии фенолфталеина до появления розовой окраски.

Метод применяется для кондитерских изделий, сырья и полуфабрикатов для их производства, цвет и окраска которых не мешают при титровании.

При возникновении разногласий в оценке качества пользуются настоящим методом.

7.2 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб по ГОСТ 5904.

7.3 Проведение измерений

5 г измельченной пробы помещают в коническую колбу или стакан. Приливают 50 см³ дистиллированной воды, предварительно нагретой до температуры 60–70°C, перемешивают, охлаждают до температуры $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, приливают дистиллированную воду до объема 100 см³, добавляют 2 – 3 капли фенолфталеина

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

и титруют раствором гидроокиси натрия или калия концентрации c (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм³ до бледно-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Допускается титровать неокрашенный или слабоокрашенный раствор навески, не доводя до указанного объема.

7.4 Обработка результатов измерений

7.4.1 Кислотность (X) в градусах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot V \cdot 100}{m \cdot 10}, \quad (1)$$

где K – поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия или калия концентрации c (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм³, используемого для титрования, по ГОСТ 25794.1;

V – объем раствора гидроокиси натрия или калия, израсходованный на титрование, см³;

m – масса навески продукта, г;

100 – коэффициент пересчета на 100 г продукта;

10 – коэффициент пересчета раствора гидроокиси натрия или калия концентрации 0,1 моль/дм³ в 1 моль/дм³.

За градусы титруемой кислотности принимают объем раствора гидроокиси натрия (гидроокиси калия) концентрацией 1 моль/дм³ (1 н.), необходимый для нейтрализации кислот, содержащихся в 100 г продукта (см³).

7.4.2 Если исследуемый продукт содержит нерастворимые в воде частицы, то пробу массой 20 г помещают в коническую колбу или стакан, хорошо перемешивают ее с отмеренными 200 см³ дистиллированной воды, нагретой до температуры 60–70 °С, охлаждают до температуры (20 ± 5)°С, фильтруют в стакан или коническую колбу через бумажный фильтр. Затем в коническую колбу отмеряют пипеткой 50 см³ фильтрата, добавляют 2 – 3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия или калия концентрации 0,1 моль/дм³ до бледно-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Кислотность (X_1) в градусах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{K \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m \cdot 10}, \quad (2)$$

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

где K – поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия или калия концентрации c (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм³, используемого для титрования, по ГОСТ 25794.1;

V – объем раствора гидроокиси натрия или калия, израсходованный на титрование, см³;

V_1 – объем дистиллированной воды, взятый для растворения навески, см³;

100 – коэффициент пересчета на 100 г продукта;

V_2 – объем фильтрата, взятый для титрования, см³;

m – масса навески продукта, г;

10 – коэффициент пересчета раствора гидроокиси натрия или калия концентрации 0,1 моль/дм³ в 1 моль/дм³.

7.4.2.1 Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака, округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми в одной лаборатории не должны превышать 0,2 градуса, а выполненных в разных лабораториях – 0,3 градуса.

Предел допускаемых значений погрешности измерения 0,3 градуса ($P=0,95$).

7.4.3 Если кислотность требуется выразить в процентах какой-либо кислоты, то значение градусов кислотности умножают на соответствующий миллиэквивалент (таблица 1).

Т а б л и ц а 1

Наименование кислот	Миллиэквивалент
Уксусная	0,060
Молочная	0,090
Яблочная	0,067
Лимонная (с одной молекулой воды)	0,070
Винная	0,075

7.4.4 Если невозможно определить кислотность методом титрования с фенолфталеином из-за интенсивной окраски раствора, то в качестве индикатора применяют синюю лакмусовую бумажку. По мере титрования капли титруемой жидкости наносят при помощи стеклянной палочки на полоску лакмусовой бумажки. Титруют до исчезновения покраснения. Чтобы лучше уловить исчезновение красной

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

окраски на лакмусовой бумажке, следует под конец титрования рядом с каплей испытуемой жидкости нанести каплю дистиллированной воды для сравнения и закончить титрование, когда не будет заметно разницы в оттенках двух капель.

За окончательный результат определения кислотности принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r_{отн} \cdot X_{ср}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 – результаты двух параллельных определений, %;

$r_{отн}$ – предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %;

$X_{ср}$ – среднее арифметическое значение X_1 и X_2 , %.

7.4.5 Результат определения кислотности представляют в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta) \% \text{ при } P = 0,95, \quad (4)$$

где $X_{ср}$ – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ – значение абсолютной погрешности измерений кислотности, %, рассчитываемое по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot X_{ср}, \quad (5)$$

где δ – границы относительной погрешности, %.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах, с пределами повторяемости и воспроизводимости и показателем точности при доверительной вероятности $P = 0,95$, приведенными в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 - Метрологические характеристики метода

Диапазон измерений кислотности, град.	Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$) при $P = 0,95$ $r_{отн}, \%$	Предел воспроизводимости ($m = 2$) при $P = 0,95$ $R_{отн}, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$ $\pm \delta, \%$
0,5 – 10	3,8	6,5	4,6

10 – 30	2,0	3,6	2,5
---------	-----	-----	-----

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднее арифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

7.5 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6–2003 (подраздел 6.2)

8 Определение щелочности титрованием

8.1 Сущность метода

Метод основан на нейтрализации щелочных веществ, содержащихся в мучных кондитерских изделиях, в присутствии индикатора бромтимолового синего до появления желтой окраски. При возникновении разногласий в оценке качества пользуются настоящим методом.

8.2 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 5904.

8.3 Проведение измерений

25 г измельченной пробы помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, вливают 250 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, закрывают колбу пробкой и оставляют на 30 мин, взбалтывая каждые 10 мин. По истечении 30 мин, содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр в сухую колбу или стакан, затем 50 см³ фильтрата вносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 2 – 3 капли бромтимолового синего и титруют раствором серной кислоты концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ или соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ до появления желтого окрашивания.

8.4 Обработка результатов измерений

8.4.1 Щелочность (X_2) в градусах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{K \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m \cdot 10}$$

(6)

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

где K – поправочный коэффициент раствора соляной или серной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм³, используемого для титрования по ГОСТ 25794.1;

V – объем раствора серной или соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

V_1 – объем дистиллированной воды, взятый для растворения навески, см³;

100 - коэффициент пересчета на 100 г продукта;

V_2 – объем фильтрата, взятый для титрования, см³;

m – масса навески продукта, г;

10 – коэффициент пересчета раствора серной или соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ в 1 моль/дм³.

За градусы титруемой щелочности принимают объем раствора соляной кислоты (серной кислоты) концентрацией 1 моль/дм³ (1 н.), необходимый для нейтрализации щелочных веществ, содержащихся в 100 г продукта (см³).

8.4.2 Щелочность (X_3) в градусах, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{X_2 \cdot 100}{100 - W} \quad (7)$$

где W – массовая доля влаги в исследуемом продукте, %.

8.4.3 Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми в одной лаборатории, не должны превышать 0,2 градуса, а выполненных в разных лабораториях – 0,3 градуса. Предел допускаемых значений погрешности измерения 0,3 градуса ($P = 0,95$).

За окончательный результат определения щелочности принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r_{отн} \cdot X_{ср}, \quad (8)$$

где X_1 и X_2 – результаты двух параллельных определений, %;

$r_{отн}$ – предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений,

приведенный в таблице 1, %;

$X_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое значение X_1 и X_2 , %.

8.4.4 Результат определения щелочности представляют в виде:

$$(X_{\text{ср}} \pm \Delta) \% \text{ при } P = 0,95, \quad (9)$$

где $X_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ – значение абсолютной погрешности измерений щелочности, %, рассчитываемое по формуле

$$\Delta = \bar{\delta} \cdot 0,01 \cdot X_{\text{ср}}, \quad (10)$$

где $\bar{\delta}$ – границы относительной погрешности, %.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах, с пределами повторяемости и воспроизводимости и показателем точности при доверительной вероятности $P = 0,95$, приведенными в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 - Метрологические характеристики метода

Диапазон измерений щелочности, град.	Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$) при $P = 0,95$ $r_{\text{отн}}, \%$	Предел воспроизводимости ($m = 2$) при $P = 0,95$ $R_{\text{отн}}, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$ $\pm \bar{\delta}, \%$
0,5 – 10	12,5	20,3	14,4
10 – 25	1,6	3,3	2,3

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднее арифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

8.5 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6–2003 (подраздел 6.2)

9 Определение кислотности и щелочности потенциометрическим методом

9.1 Сущность метода

Метод основан на титровании исследуемого раствора раствором гидроокиси натрия (гидроокиси калия) или кислоты в присутствии двух электродов (индикаторного и электрода сравнения). Метод применяется для всех кондитерских изделий, сырья и полуфабрикатов для их производства.

9.2 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 5904.

9.3 Проведение измерений

10 г измельченной пробы помещают в стакан и приливают 100 см³ дистиллированной воды. Если требуется ускорить растворение, содержимое подогревают до температуры 60 – 70°С с последующим охлаждением до температуры (20 ± 5)°С. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят дистиллированной водой до метки и взбалтывают. Отмеривают пипеткой 50 см³ полученного раствора в стакан, устанавливают стакан в подготовленный потенциометр, опускают в жидкость электроды и измеряют величину рН. Отметив величину рН, начинают приливать из бюретки раствор гидроокиси натрия или калия с концентрацией 0,1 моль/дм³, если рН испытуемого раствора меньше 7,0. Если испытуемый раствор имеет рН больше 7,0, то приливают из бюретки раствор серной или соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм³. При титровании, по мере приближения рН к значению 7,0, гидроокись натрия (гидроокись калия) или кислоту приливают по каплям при тщательном перемешивании титруемого раствора стеклянной палочкой. Титрование заканчивают, когда рН жидкости достигает 7,0 – 7,2. После этого отмечают количество гидроокиси натрия (гидроокиси калия) или кислоты, израсходованное на титрование.

9.4 Обработка результатов

Кислотность или щелочность (X_4) в градусах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{K \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m \cdot 10} \quad (11)$$

где K – поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия (гидроокиси калия) или кислоты, используемых для титрования по ГОСТ 25794.1;

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

V – объем раствора гидроокиси натрия (гидроокиси калия) или кислоты, израсходованный на титрование, см³;

V_1 – объем мерной колбы, в которой растворена навеска, см³;

100 – коэффициент пересчета на 100 г продукта;

V_2 – объем фильтрата, взятый для титрования, см³;

m – навески продукта, г;

10 – коэффициент пересчета раствора гидроокиси натрия (калия) или кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³ в 1 моль/дм³.

9.4.1 Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми в одной лаборатории не должны превышать 0,2 градуса, а выполненных в разных лабораториях – 0,3 градуса. Предел допускаемых значений погрешности измерения 0,3 градуса ($P = 0,95$).

За окончательный результат определения кислотности или щелочности принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r_{отн} \cdot X_{ср}, \quad (12)$$

где X_1 и X_2 – результаты двух параллельных определений, %;

$r_{отн}$ – предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %;

$X_{ср}$ – среднее арифметическое значение X_1 и X_2 , %.

9.4.2 Результат определения кислотности или щелочности представляют в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta) \% \text{ при } P = 0,95, \quad (13)$$

где $X_{ср}$ – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ – значение абсолютной погрешности измерений кислотности или щелочности, %, рассчитываемое по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot X_{ср}, \quad (14)$$

ГОСТ (проект, RU, первая редакция)

где δ – границы относительной погрешности, %.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах, с пределами повторяемости и воспроизводимости и показателем точности при доверительной вероятности $P = 0,95$, приведенными в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 – Метрологические характеристики метода

Диапазон измерений кислотности или щелочности, град.	Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$) при $P = 0,95$ $r_{отн}, \%$	Предел воспроизводимости ($m = 2$) при $P = 0,95$ $R_{отн}, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$ $\pm \delta, \%$
0,5 – 10	12,5	20,3	14,4
10 – 25	1,6	3,3	2,3

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднее арифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

9.5 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6–2003 (подраздел 6.2)

10 Определение активной кислотности (рН) потенциометрическим методом

10.1 Сущность метода

Метод основан на измерении концентрации водородных ионов в исследуемом растворе. Метод применяется для определения величины рН какао-порошка, мармеладных и пастильных изделий и полуфабрикатов для их изготовления.

10.2 Подготовка к измерениям

Перед проведением измерения проверяют прибор в соответствии с нормативно-технической документацией по эксплуатации прибора по стандартным буферным растворам. Электроды перед погружением в буферный или исследуемый раствор необходимо тщательно промыть дистиллированной водой, остатки воды с электродов удалить фильтровальной бумагой.

10.3 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 5904.

10.4 Проведение измерений

Навеску образца 5,0 г смешивают в стакане с 50 см³ дистиллированной воды и нагревают до получения однородного раствора, затем охлаждают до температуры $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Электроды погружают в исследуемый раствор и измеряют величину pH.

10.5 Обработка результатов

Активная кислотность выражается в концентрации водородных ионов pH.

Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 pH, а выполненных в разных лабораториях - 0,3 pH.

Предел допускаемых значений погрешности измерения 0,3 pH ($P = 0,95$).

10.5.1 За окончательный результат определения кислотности принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r_{отн} \cdot X_{cp} \quad (15)$$

где X_1 и X_2 – результаты двух параллельных определений, %;

$r_{отн}$ – предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %;

X_{cp} – среднее арифметическое значение X_1 и X_2 , %.

10.5.2 Результат определения кислотности представляют в виде:

$$(X_{cp} \pm \Delta) \% \text{ при } P = 0,95 \quad (16)$$

где X_{cp} – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ – значение абсолютной погрешности определений, рассчитывается в % по формуле:

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot X_{cp}, \quad (17)$$

где δ – границы относительной погрешности, %.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах, с пределами повторяемости и воспроизводимости и показателем точности при доверительной вероятности $P = 0,95$, приведенными в таблице 5.

Т а б л и ц а 5 – Метрологические характеристики метода

Диапазон измерений активной кислотности	Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$) при $P = 0,95$ $r_{отн}, \%$	Предел воспроизводимости ($m = 2$) при $P = 0,95$ $R_{отн}, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95, \pm \delta, \%$
0,1 – 14	2,1	5,1	3,6

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднее арифметическое значение не менее четырех параллельных определений ГОСТ ИСО 5725-6–2003 (подраздел 6.2).

10.6 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

УДК 664.6:543.06:006.354

МКС 67.180.10

Ключевые слова: изделия кондитерские, определение кислотности, определение щелочности, определение активной кислотности
