
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
27082—
2014

**КОНСЕРВЫ И ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ,
ВОДНЫХ БЕСПОЗВОНОЧНЫХ,
ВОДНЫХ МЛЕКОПИТАЮЩИХ
И ВОДОРΟΣЛЕЙ**

Методы определения общей кислотности

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский и проектно-конструкторский институт по развитию и эксплуатации флота» (ОАО «Гипрорыбфлот»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45–2014)

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 |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июля 2014 г. № 831–ст межгосударственный стандарт ГОСТ 27082—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 27082—89

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**КОНСЕРВЫ И ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ, ВОДНЫХ БЕСПОЗВОНОЧНЫХ,
ВОДНЫХ МЛЕКОПИТАЮЩИХ И ВОДОРΟΣЛЕЙ**
Методы определения общей кислотности

Canned and preserved from fish, water invertebrates, water mammals and algae.
Methods for determination of total acidity

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на консервы и пресервы из рыбы, водных беспозвоночных, водных млекопитающих и водорослей устанавливает титриметрические методы определения общей кислотности с визуальной и потенциометрической индикацией конечной точки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIMLR 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию**

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.019-2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** Заменен на ГОСТ 26313-84 в части плодовоовощных консервированных продуктов; ГОСТ 26671-85 в части раздела 4 в части продуктов переработки плодов и овощей, консервов мясных и мясорастительных.

ГОСТ ИСО/МЭК 17025 –2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 24363–80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835–1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 8756.0.

4 Титриметрический метод с визуальной индикацией точки конца титрования

4.1 Сущность метода

Метод основан на титровании раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия водорастворимых кислот, находящихся в продукте, в присутствии индикатора фенолфталеина и последующем расчете общей кислотности, исходя из объема щелочи, израсходованного на титрование.

4.2 Требования к средствам измерений, оборудованию, материалам и реактивам

Для проведения анализа используют:

- весы неавтоматического действия по ГОСТ ОИМЛ R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,1$ г;
- колбы мерные 1 – 100(200, 1000) –2 по ГОСТ 1770;
- колбы конические К(П)–2–250 –18(22–34) ТХС по ГОСТ 25336;
- стакан В–1– 150 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронку лабораторную В–25 – 38ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки градуированные 1–2–2–20(50) по ГОСТ 29227 или пипетки с одной отметкой 1–1–20(50) по ГОСТ 29169–91;
- бюретки 1 – 1(2, 3)–2–10 (25)–0,05 (0,1) по ГОСТ 29251;
- палочки стеклянные с резиновыми наконечниками по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- капельницу по ГОСТ 25336;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;
- вату медицинскую гигроскопическую по ГОСТ 5556;
- фенолфталеин, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм³;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измеряемой температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498;

- раствор серной или соляной кислоты молярной концентрацией $c(\text{H}_2\text{SO}_4, \text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ готовят из стандарт-титров в соответствии с инструкцией;
- секундомер механический с 30-ти минутным счетчиком, с ценой деления 1 минута, и большая 60-ти секундная шкала, с помощью которой измеряют, интервал времени до 0,2 секунды;
- дистиллятор электрический производительностью $4 \pm 10 \text{ л/ч}$;
- плитку электрическую по ГОСТ 14919.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.3 Приготовление растворов

4.3.1 Приготовление раствора гидроксида натрия или гидроксида калия с молярной концентрацией $c(\text{NaOH}, \text{KOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ — по ГОСТ 25794.1.

4.3.2 Приготовление раствора фенолфталеина с массовой концентрацией 10 г/дм^3 — по ГОСТ 4919.1.

4.3.3 Приготовление раствора соляной или серной кислоты молярной концентрации эквивалента $0,1 \text{ моль/дм}^3$ — из стандарт-титра по прилагаемой инструкции.

4.3.4 Срок хранения растворов — 12 мес при температуре $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.

4.4 Проведение испытания

4.4.1 $(20,0 \pm 0,1) \text{ г}$ подготовленной в соответствии с разделом 3 пробы взвешивают в химическом стакане, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , смывая через воронку дистиллированной водой температурой от 40°C до 70°C .

В колбу добавляют дистиллированную воду той же температуры до $\frac{2}{3}$ объема, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и настаивают 30 мин, периодически (через каждые 5–6 мин) встряхивая, затем охлаждают до температуры $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Содержимое мерной колбы доводят до метки дистиллированной водой той же температуры, закрывают пробкой, тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр или вату в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см^3 .

4.4.2 В две конические колбы вместимостью 250 см^3 отбирают пипеткой по 20 см^3 фильтрата, полученного по 4.4.1, прибавляют с помощью капельницы пять капель спиртового раствора фенолфталеина, приготовленного по 4.3.2. Водорастворимые кислоты, содержащиеся в фильтрате, титруют из бюретки при непрерывном перемешивании раствором гидроксида натрия или гидроксида калия, приготовленным по 4.3.1, до получения слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Отмечают объем раствора гидроксида натрия или калия, израсходованный при каждом титровании.

Результаты признают приемлемыми, если расхождение между объемами не превышает $0,1 \text{ см}^3$. В этом случае находят среднеарифметическое полученных значений (V), которое используют при расчетах по формуле (1). При невыполнении этого условия находят причины нестабильности результатов, после чего титрование повторяют.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Общую кислотность X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot K_1 \cdot V_0}{m \cdot V_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где V — объем раствора гидроксида натрия или гидроксида калия с молярной концентрацией $c(\text{NaOH}, \text{KOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, израсходованный на титрование фильтрата (по 4.4.2), см^3 ;

K — коэффициент поправки на точно молярной концентрацией $c(\text{NaOH}, \text{KOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия или гидроксида калия (по 4.5.2);

K_1 — коэффициент пересчета на соответствующую кислоту в зависимости от вида и состава консервов или пресервов, г/см^3 :

для яблочной кислоты — 0,0067;

для лимонной кислоты — 0,0064;

для уксусной кислоты — 0,0060;

для молочной кислоты — 0,0090;

для винной кислоты — 0,0075;

V_0 — объем, до которого доводят пробу перед фильтрованием (по 4.4.1, 200 см³), см³;

m — масса анализируемой пробы (по 4.4.1, 20 г), г;

V_1 — объем фильтрата анализируемой пробы, используемый на титрование (по 4.4.2, 20 см³), см³.

4.5.2 Определение коэффициента поправки (K) на точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия — по ГОСТ 25794.1 с использованием раствора соляной или серной кислоты по 4.3.3.

4.5.3 За результат определения общей кислотности принимают значение, вычисленное по формуле (1) при положительных результатах проверки приемлемости по 4.4.2.

4.6 Оформление результатов

Результат определения общей кислотности, полученный по 4.5.3, округляют до второго десятичного знака.

5 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией точки конца титрования

5.1 Сущность метода

Метод основан на титровании раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия водорастворимых кислот, находящихся в продукте, в присутствии двух электродов (стеклянного и электрода сравнения) и последующем расчете общей кислотности, исходя из объема щелочи, израсходованного на титрование.

5.2 Требования к средствам измерений, оборудованию, материалам и реактивам

Для проведения анализа используют:

- весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,1$ г;
- колбы мерные 1 — 200—2 по ГОСТ 1770;
- колбы конические К(П)—2—250—18(22—34)ТХС по ГОСТ 25336;
- стакан В—1— 150 ТХС по ГОСТ 25336;
- Воронку лабораторную В—25 — 38ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки градуированные 1—2—2—20(50) по ГОСТ 29227 или с одной отметкой 1—1—20(50) по ГОСТ 29169—91;
- бюретки 1 — 1(2, 3)—2 — 10 (25) — 0,05 (0,1) по ГОСТ 29251;
- палочки стеклянные с резиновыми наконечниками;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;
- вату медицинскую гигроскопическую по ГОСТ 5556;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с молярной концентрацией $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с молярной концентрацией $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измеряемой температуры от 0 °С до 50 °С и ценой деления 1 оС по ГОСТ 28498;
- рН — метр — милливольтметр с диапазоном измерений от 4 ед. рН до 9 ед. рН, абсолютная погрешность измерений $\pm 0,05$;
- секундомер механический по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- дистиллятор электрический по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- мешалку электромагнитную или механическую.

Для приготовления буферных растворов используют стандарт-титры по ГОСТ 8.135.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5.3 Приготовление растворов

Раствор гидроокиси натрия или гидроокиси калия с молярной концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ — по 4.3.1.

5.4 Проведение испытания

5.4.1 Подготовка пробы к испытаниям — по 4.4.1.

5.4.2 С помощью буферных растворов, приготовленных из стандарт-титров проверяют правильность показаний pH-метра.

5.4.3 В стакан вместимостью 150 см^3 отбирают пипеткой 50 см^3 фильтрата, приготовленного по 4.4.1, и при непрерывном перемешивании титруют с помощью бюретки раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия, приготовленным по 5.3 до 8,2 ед. pH. Отмечают объем щелочи, израсходованной на титрование.

5.4.4 Повторяют операции по 5.4.3 с новой порцией фильтрата, приготовленного по 4.4.1.

Титрование анализируемого раствора идет до показаний прибора 8,2 ед. pH при этом измеряемой величиной является объем щелочи, израсходованный на титрование см. п.5.4.3. С учетом этого объема и массы анализируемой пробы по 5.4.1 в дальнейшем идет расчет общей кислотности — по 4.5.1.

5.4.5 Находят расхождение значений объемов, пошедших на титрование первой и второй порций до заданного значения pH (8,2 ед. pH). Результаты титрования признают приемлемыми, если расхождение значений объемов, пошедших на титрование по 5.4.3 и 5.4.4 различаются между собой не более, чем на $0,1 \text{ см}^3$. В этом случае вычисляют среднеарифметическое значение объемов (V , см^3). При невыполнении этого условия находят причины нестабильности результатов, после чего титрование повторяют.

5.5 Обработка результатов испытаний — по 4.5 с использованием значений объема раствора гидроокиси натрия или калия, пошедшего на титрование по 5.4.3, и с учетом объема фильтрата, отобранного для титрования ($V_f = 50 \text{ см}^3$).

5.6 Оформление результатов испытаний — по 4.6.

6 Протокол испытания

Протокол испытаний — по ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

7 Условия проведения испытаний

При выполнении испытаний в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- влажность воздуха, не более 80%;
- напряжение в сети $(220 \pm 22) \text{ В}$;
- частота переменного тока в сети питания $(50 \pm 1) \text{ Гц}$.

8 Требования безопасности

8.1 При работе с электроприборами электробезопасность должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

8.2 Помещение, в котором проводятся работы, 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.

8.3 При подготовке и проведении определений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

УДК 334.951.001:006.354

МКС 67.120.30

Ключевые слова: консервы, пресервы, рыба, водные беспозвоночные, водные млекопитающие, водоросли, методы определения, общая кислотность, отбор проб, сущность метода, проведение испытания, обработка результатов, протокол испытания, требования безопасности

Подписано в печать 16.03.2015. Формат 60x84^{1/8}.

Усл. печ. л. 0,93. Тираж 31 экз. Зак. 508

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru