

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МОЛОКО

Метод визначення пероксиду водню

Версія №2 від 24 вересня 2008 року.

МОЛОКО

Метод определения перекиси водорода

MILK

Method of hydrogen peroxide determination

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на молоко і встановлює якісний метод визначення пероксиду водню.

Вимоги щодо безпеки викладено в розділі 6.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

В цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4286:2004 Крохмаль картопляний. Технічні умови

ДСТУ ISO 707:2002 Молоко та молочні продукти. Настанови з відбирання проб

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння

ДСТУ 3662:200X* Молоко-сировина коров'яче. Технічні умови

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБТ. Пожежна безпека. Загальні вимоги).

ГОСТ 12.1.009-76 Электробезопасность. Термины и определения (Електробезпека. Терміни та визначення).

ГОСТ 12.2.007.0-75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности (Вироби електротехнічні. Загальні вимоги безпеки).

ГОСТ 12.4.009-83 Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание (Пожежна техніка для захисту об'єктів. Основні види. Розміщення та обслуговування).

* на розгляді

пр ДСТУ

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні умови)

ГОСТ 2652-78 Калия бихромат технический. Технические условия (Калій біхромат технічний. Технічні умови)

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия (Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4232-74 Калий йодистый. Технические условия (Калію йодид. Технічні умови)

ГОСТ 10138-93 Ткани чистольняные, льняные и полульняные бельевые. Общие технические условия (Тканини чистольняні, льняні та напівльняні для білизни. Загальні технічні умови)

ГОСТ 10232-77 Ткани чистольняные и штучные изделия льняные и полульняные полотняные. Общие технические условия (Тканини чистольняні та штучні вироби льняні і напівльняні рушникові. Загальні технічні умови)

ГОСТ 13928-84 Молоко и сливки заготавливаемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу. (Молоко та вершки, що заготовляють. Правила приймання, методи відбору проб та підготовка їх до контролювання)

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия (Посуд та обладнання лабораторні скляні. Загальні технічні умови)

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия (Ваги лабораторні загального призначення і зразкові. Загальні технічні умови)

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд та обладнання лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 29224-91 (ИСО 386-77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения (Посуд лабораторний скляний. Термометри рідинні скляні лабораторні. Принципи улаштування, конструювання та застосування)

ГОСТ 29227-91 (ИСО 83-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки градуйовані. Частина 1. Загальні вимоги)

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче наведено поняття, використане у цьому стандарті та визначення позначеного ним поняття:

3.1 присутність пероксиду водню в молоці

Фальсифікація молока для гальмування ферментативних процесів, що відбуваються після доїння під час зберігання молока.

4 МЕТОДИКА ВІДБИРАННЯ ПРОБ

4.1 Відбирання проб і підготовку їх до аналізу проводять згідно з ДСТУ ISO 707 або ГОСТ 13928.

4.2 Умови транспортування та зберігання відібраних проб повинні забезпечувати їх цілісність та неушкодженість.

4.3 Слід відбирати паралельні проби, а якщо того вимагає законодавство або угода між зацікавленою стороною, і більшу кількість проб.

Якщо існує домовленість між зацікавленою стороною і організацією-виконавцем, рекомендується відбирати і зберігати додаткові проби на випадок проведення арбітражу.

5 СУТЬ МЕТОДУ

Метод полягає у додаванні до молока сірчаної кислоти та крохмального розчину йодиду калію, з наступним утворенням активного атомарного кисню, який окислює йодид калію із виділенням йоду, що утворює з крохмалем комплексне з'єднання синього кольору та візуальній фіксації результатів досліджу.

Метод дозволяє виявляти наявність перексиду водню, доданого не менше ніж 0,001 % .

6 ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ, ВИПРОБУВАЛЬНЕ ТА ДОПОМІЖНЕ ОБЛАДНАННЯ, РЕАКТИВИ ТА МАТЕРІАЛИ

6.1 Засоби вимірювальної техніки:

ваги лабораторні 4 класу точності з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104;

термометр з діапазоном вимірювань від 0 °С до 30 °С і ціною поділки 1 °С (або 0,5 °С) згідно з ГОСТ 29224;

піпетки 1-го та 2-го класу точності місткістю 1 см³ згідно з ГОСТ 29227;

циліндр мірний місткістю 100 см³ згідно з ГОСТ 1770;

секундомір згідно з чинним нормативним документом.

6.2 Випробувальне обладнання:

шафа сушильна з діапазоном робочої температури від 60 °С до 200 °С і похибкою стабілізації температури ± 1 °С згідно з чинним нормативним документом;

електроплитка згідно з чинним нормативним документом.

6.3 Допоміжне обладнання:

склянки лабораторні згідно з ГОСТ 25336;

пробірки лабораторні згідно з ГОСТ 23932.

штативи для пробірок згідно з чинним нормативним документом.

6.4 Матеріали:

молоко коров'яче згідно з ДСТУ 3662;

рушники льняні згідно з ГОСТ 10232 або тканина згідно з ГОСТ 10138.

6.5 Реактиви:

калій біхромат згідно з ГОСТ 2652;

пр ДСТУ

кислота сірчана густиною від 1830 кг/м³ до 1835 кг/м³ згідно з ГОСТ 4204;
калію йодид згідно з ГОСТ 4232;
крохмаль картопляний згідно з ДСТУ 4286;
вода здистильована згідно з ДСТУ ISO 3696.

Допускається використання засобів вимірювальної техніки, випробувального та допоміжного обладнання з метрологічними та технічними характеристиками, не нижчими, ніж зазначені, а також матеріалів і реактивів за якістю, не гірше зазначеної.

7 ПІДГОТУВАННЯ ДО ВИКОНАННЯ ВИПРОБУВАННЯ

7.1 Готування суміші хромової

Зважують 60 г калію біхромату, переносять у склянку ємністю 2 дм³, додають до нього 1 дм³ здистильованої води та 1 дм³ сірчаної кислоти густиною 1835 кг/м³, ретельно перемішують.

7.2 Готування розчину сірчаної кислоти

У склянці змішують одну об'ємну частину сірчаної кислоти з трьома об'ємними частинами здистильованої води.

7.3 Готування крохмального розчину йодиду калію

Наважку крохмалю масою 3 г переносять у склянку ємністю 25 см³, розчиняють в 20 см³ здистильованої води та додають до 80 см³ киплячої здистильованої води. Йодид калію масою 3 г переносять у склянку ємністю 25 см³, розчиняють в 5-10 см³ здистильованої води та додають в охолоджений за кімнатної температури крохмальний розчин.

Крохмальний розчин йодиду калію зберігають в холодильнику не більше ніж 5 діб. Розчин вважається придатним до випробування, якщо при змішуванні з кип'яченим молоком, яке не містить пероксиду водню, суміш не набуває синього забарвлення.

7.4 Готування посуду

Скляний посуд повинен бути ретельно вимитий хромовою сумішшю та промитий здистильованою водою, а залишки вологи видалені льняною тканиною або рушником, після чого витриманий на повітрі до повного висихання або висушений в сушильній шафі за температури (110±10) °С протягом години.

8 ПРАВИЛА ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАННЯ

8.1 У пробірку, встановлену у штативі, наливають 1 см³ молока, що досліджується, не перемішуючи, додають дві краплі розчину сірчаної кислоти та 0,2 см³ крохмального розчину йодиду калію.

Через 10 хв спостерігають за зміною кольору розчину в пробірці, не допускаючи її струшування.

9 ПРАВИЛА ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Поява в пробірці окремих плям синього кольору свідчить про присутність пероксиду водню в молоці.

9.2 Якщо отримані результати не задовільняють, рекомендовано проводити випробування з подвійної вибірки, а за остаточні результати вважати випробування подвійної вибірки.

10 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Результати випробувань оформлюють протоколом.

У протоколі випробувань має бути зазначено:

- інформація, необхідна для повної ідентифікації проби;
- методику відбору проби;
- назву стандарту, за яким виконувалася методика випробування;
- усі подробиці щодо проведення випробування, не визначені у цьому стандарті, а також опис факторів, які є важливими і можуть вплинути на результат випробувань;
- отриманий результат вимірювань.

11 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕЧНОСТІ

11.1 Під час проведення випробувань необхідно дотримуватися вимог безпеки, встановлені ДСП 4.4.4011 [1] і ДНАОП 1.8.20-1.05 [2].

11.2 Електробезпека повинна відповідати вимогам ГОСТ 12.1.009. та ГОСТ 12.2.007.0.

11.3 Пожежна безпека повинна відповідати вимогам ГОСТ 12.1.004. та ГОСТ 12.4.009.

11.4 Мікроклімат приміщень, де проводять випробування, повинен відповідати загальним санітарно-гігієнічним вимогам ДСН 3.3.6.042 [3].

11.5 До процедури готування проб та проведення випробувань допускаються особи, що мають відповідну освіту та кваліфікацію лаборанта або техника-хіміка.

ДОДАТОК А

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ДСП 4.4.4.011-98 Державні санітарні правила для молокопереробних підприємств, затверджені МОЗ України від 11.09.98 № 4.4.4.001
- 2 ДНАОП 1.8.20-1.05-99 Правила охорони праці для працівників підприємств по переробці молока, затверджені наказом Держнаглядохоронпраці від 22.07.99 № 137
- 3 ДСН 3.3.6.042-99 Державні санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень, затверджені МОЗ України від 01.12.99 № 42

Код УКНД 67.100.10

Ключові слова: молоко, присутність пероксиду водню, методика визначення, фальсифікація.

Заступник директора
з наукової роботи,
керівник розробки

І.О.Романчук

Відповідальний виконавець,
старший науковий співробітник
лабораторії технології
молочних продуктів

Т.В Рудакова