

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
54662—  
2011

---

## СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕННЫЕ

Определение массовой доли белка методом  
Кьельдаля

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2012

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом маслоделия и сыроделия Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМС Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 819-ст

### 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2012

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

**Содержание**

1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	2
4 Сущность метода .....	2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы .....	2
6 Отбор проб .....	4
7 Подготовка к выполнению измерений .....	4
8 Условия проведения измерений .....	6
9 Проведение измерений .....	6
10 Обработка результатов измерений .....	8
11 Контроль точности результатов измерений .....	9
12 Требования безопасности .....	10
Приложение А .....	11
Приложение Б .....	12
Приложение В .....	13
Библиография .....	14



**СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕННЫЕ****Определение массовой доли белка методом Кьельдаля**

Cheeses and processed cheeses. Determination of protein mass fraction by the Kjeldahl method

Дата введения — 2013—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на сыры, сырные массы и плавленые сыры, в т. ч. сырные соусы (далее — продукт) и устанавливает определение массовой доли белка в диапазоне измерений от 5,0 % до 55,0 % методом Кьельдаля.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
- ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
- ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
- ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия
- ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
- 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 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности
- 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 1341—97 Пергамент растительный. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия
- ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий серноокислый. Технические условия
- ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) серноокислая 5-водная. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

- ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия  
ГОСТ 5833—75 Реактивы. Сахароза. Технические условия  
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия  
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия  
ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия  
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные шкафы бытовые. Общие технические условия  
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. 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 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу  
ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы будильники. Общие технические условия  
ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний  
ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установления времени ожидания  
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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, установленные ГОСТ Р ИСО 5725-1, [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

- 3.1 **массовая доля общего азота:** Содержание азота в 100 г продукта, выраженное в процентах.  
3.2 **массовая доля белка:** Величина, пропорциональная массовой доле общего азота в анализируемой пробе, умноженная на коэффициент пропорциональности, равный 6,38, выраженная в процентах.

### 4 Сущность метода

Метод основан на разложении органического вещества анализируемой пробы продукта кипящей концентрированной серной кислотой в присутствии катализатора и инертной соли с образованием сульфата аммония, дистилляции аммиака с водяным паром и отгонке его в раствор борной кислоты, количественном измерении общего азота титриметрическим методом Кьельдаля (ручное или автоматическое титрование) и расчете массовой доли белка.

### 5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности одноразового взвешивания  $\pm 0,0002$  г и  $\pm 0,02$  г.

Термометры жидкостные стеклянные ртутные лабораторные, диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери и поглощения влаги или терка металлическая бытовая с мелкой перфорацией, или ступка 3(4) с пестиком 2(3) по ГОСТ 9147.

Часы по ГОСТ 27752 или часы сигнальные по ГОСТ 3145.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющим поддерживать температуру от 40 °С до 100 °С, с отклонением от заданной температуры  $\pm 5$  °С.

Комплект оборудования для определения азота по методу Кьельдаля, включающий:

- минерализатор блочный из алюминиевого сплава (нержавеющей стали) с гнездами для пробирок (6, 8, 12, 20) и регулятором температуры до 450 °С, укомплектованный пробирками из термостойкого стекла вместимостью 250 см<sup>3</sup>, штативами, щипцами, приспособлением для промывки, стеклянными стаканчиками вместимостью 2 см<sup>3</sup>;

- вытяжную систему для отвода кислотных паров, подсоединенную к водяному насосу или скрубберу;

- анализатор азота системы Кьельтек Авто или другой аналогичный, включающий блок автоматической дистилляции водяного пара, блок титрования аммиака и микропроцессорное вычислительное устройство.

Установка для отгонки аммиака в процессе дистилляции с водяным паром (приложение А), состоящая из:

- колбы конической Кн-1-2000-34/35(45/40) ТС по ГОСТ 25336 или металлического бачка-парообразователя;

- трубки соединительной с размером диаметра 10 (15) мм, изогнутой под углом 90°, трубки соединительной с размером диаметра 15 мм и длиной 600 мм;

- воронки В-56(75)-80(110) по ГОСТ 25336;

- трубки ТС-Т-10(15) по ГОСТ 25336;

- воронки делительной ВД-1(3)-50 ХС по ГОСТ 25336;

- каплеуловителя КО-100 ХС по ГОСТ 25336;

- колбы Кьельдаля 1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336;

- холодильника ХШ-3-200(400) по ГОСТ 25336;

- колбы конической Кн-1(2)-250 по ГОСТ 25336;

- зажимов Мора;

- штатива металлического лабораторного;

- электроплитки бытовой по ГОСТ 14919.

Примечание — Стеклянные детали установки соединяют между собой с помощью резиновых пробок и резиновых шлангов.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919, двухконфорочная с терморегулятором или блочный минерализатор из алюминиевого (металлического) сплава для минерализации проб в колбах Кьельдаля и регулятором температуры до 450 °С.

Подставка металлическая, позволяющая нагревать на электроплитке колбы Кьельдаля в наклонном положении под углом 45° относительно вертикали (приложение Б).

Колба Кьельдаля 2-25-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Пробка стеклянная (в форме стеклянного конуса), свободно закрывающая горло колбы Кьельдаля, или воронка В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Штатив для колб Кьельдаля (приложение В).

Колбы мерные 1(2)-100(1000, 2000)-1(2) по ГОСТ 1770.

Колба коническая Кн-2-250 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)-1(2)-1(5, 10) по ГОСТ 29228.

Цилиндры 1(3)-25(50, 100, 1000, 2000)-1(2) по ГОСТ 1770.

Бюретки I-1(3, 4, 5)-1-10(25)-0,05 по ГОСТ 29251.

Стакан В(Н)-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36(75, 100)-80(110) по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные длиной не более 6 см.

Мельница лабораторная или ступка 5(6) с пестиком 3(4) по ГОСТ 9147.

Стакан 7(9) или кружка 3 по ГОСТ 9147.

Ложка 4 или шпатель 4 по ГОСТ 9147.

Пинцет или шпатель металлический.

Пергамент по ГОСТ 1341.

Бумага индикаторная лакмусовая красная.

Перчатки или напальчники из замши теплостойкие.

Шкаф вытяжной лабораторный.

Посуда полиэтиленовая вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Калий серноокислый по ГОСТ 4145.

Медь серноокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Бромкрезоловый зеленый [2].

Метилловый красный [3].

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота соляная стандарт-титр молярной концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> [4].

Натрия гидроокись стандарт-титр молярной концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> [4].

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Сахароза по ГОСТ 5833.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «химически чистый» или «чистый для анализа».

## 6 Отбор проб

6.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 26809.

## 7 Подготовка к выполнению измерений

### 7.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 30 %

#### 7.1.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия, применяемого для дистилляции азота ручным способом

300,0 г гидроокиси натрия помещают в фарфоровый стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 700 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения, охлаждают до комнатной температуры и переносят в полиэтиленовую посуду.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

#### 7.1.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия, применяемого для дистилляции азота на анализаторе

1200,0 г гидроокиси натрия помещают в фарфоровый стакан вместимостью 4000 см<sup>3</sup>, добавляют 2800 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения гидроокиси натрия. Раствор гидроокиси натрия после охлаждения до комнатной температуры переносят в специальную емкость анализатора.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

### 7.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>

В соответствии с инструкцией к стандарт-титру содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой полиэтиленовой посуде при комнатной температуре в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, — не более 3 мес.

### 7.3 Приготовление смеси катализатора и инертной соли

Для получения смеси 5,0 г серноокислой меди и 100,0 г серноокислого калия измельчают на лабораторной мельнице.

Примечание — Допускается смесь катализатора и инертной соли тщательно растереть пестиком в фарфоровой ступке до получения мелкозернистого порошка.

Срок хранения смеси в герметически закрытой посуде — не более 1 года.

#### 7.4 Приготовление растворов индикаторов

##### 7.4.1 Приготовление раствора бромкрезолового зеленого

0,10 г бромкрезолового зеленого помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в этиловом спирте. Объем раствора доводят этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

##### 7.4.2 Приготовление раствора метилового красного

0,10 г метилового красного помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в этиловом спирте при нагревании на водяной бане температурой (50 ± 5) °С, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, объем раствора доводят этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

#### 7.5 Приготовление раствора для поглощения аммиака

##### 7.5.1 Приготовление раствора поглощения аммиака, применяемого в установке отгонки аммиака

10,0 г борной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 300—400 см<sup>3</sup> дистиллированной воды температурой (45 ± 5) °С, тщательно перемешивают до полного растворения, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С. Вносят 10 см<sup>3</sup> раствора бромкрезолового зеленого по 7.4.1, 7 см<sup>3</sup> раствора метилового красного по 7.4.2. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Нейтрализуют раствор борной кислоты 5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, перемешивают, при этом цвет раствора становится зеленым.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

##### 7.5.2 Приготовление раствора поглощения аммиака, применяемого в анализаторе азота

20,0 г борной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, вносят 600 — 700 см<sup>3</sup> дистиллированной воды температурой (45 ± 5) °С, тщательно перемешивают до полного растворения, охлаждают до температуры (20 ± 2) °С. Вносят 20 см<sup>3</sup> раствора бромкрезолового зеленого по 7.4.1, 14 см<sup>3</sup> раствора метилового красного по 7.4.2. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Нейтрализуют раствор борной кислоты 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, перемешивают, при этом цвет раствора становится зеленым.

Необходимым количеством приготовленного раствора борной кислоты наполняют специальную пластмассовую емкость анализатора азота.

Срок хранения раствора — не более 3 мес.

#### 7.6 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>

##### 7.6.1 Приготовление раствора из концентрированной соляной кислоты

Раствор готовят по ГОСТ 25794.1 (подпункт 2.1.2) разбавлением концентрированной соляной кислоты.

Коэффициент поправки и точную молярную концентрацию определяют по ГОСТ 25794.1 (подпункты 2.1.3, 1.8.1 и 1.7.1).

##### 7.6.2 Приготовление раствора из стандарт-титра

В соответствии с инструкцией к стандарт-титру содержимое одной ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде в затемненном месте при комнатной температуре — не более 3 мес.

Примечание — Раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> заполняют специальную колбу для титранта анализатора азота или бюретку.

### 7.7 Подготовка анализатора

Подготовку анализатора азота системы Кьельтек Авто проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

### 7.8 Подготовка установки для отгонки аммиака

Подготовку установки для отгонки аммиака (приложение А) проводят в следующем порядке.

В коническую колбу 1 из термостойкого стекла вместимостью 2000 см<sup>3</sup> (или бачок-парообразователь) через воронку 3 наливают дистиллированную воду (примерно на 2/3 объема) и открывают зажим 2 при одновременном закрытии крана 6 и зажима 4. Нагревают воду в колбе на электрической плитке 11. Подключают к водопроводной воде холодильник 8, подставляют под него чистую пустую коническую колбу 9. Присоединяют чистую сухую колбу Кьельдаля 10 к каплеуловителю 7 и делительной воронке 5. После того, как вода закипит в колбе (бачке), открывают зажим 4, закрывают зажим 2 и обрабатывают аппарат паром в течение 3—5 мин. Открывают зажим 2, отсоединяют колбу Кьельдаля 10, оставляют коническую колбу 9, закрывают зажим 4.

### 7.9 Подготовка пробы анализируемого продукта

7.9.1 Объединенную пробу продукта тщательно измельчают (растирают) в измельчающем устройстве.

#### Примечания

1 Перед измельчением из объединенной пробы продукта с вкусовыми компонентами пинцетом (шпателем) удаляют кусочки и частицы вкусовых компонентов.

2 Допускается пробу продукта с плотной консистенцией измельчать на металлической терке с мелкой перфорацией.

3 Допускается пробу продукта с мягкой консистенцией тщательно растереть в фарфоровой ступке пестиком.

7.9.2 Объединенную пробу сырного соуса тщательно перемешивают ложкой (шпателем).

7.9.3 Очистку измельчающего устройства проводят после подготовки каждой пробы продукта.

7.9.4 Анализируют пробы продукта сразу после их перемешивания.

### 7.10 Проверка качества реактивов (контрольная проба)

Для внесения соответствующей поправки на реактивы в результат измерения проводят определение азота в контрольной пробе. В колбу Кьельдаля или пробирку из термостойкого стекла вносят 1 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 0,1—0,2 г сахарозы, 4,0 г смеси катализатора и инертной соли и 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты (кусочек пергамента размером около 2 × 2 или 3 × 3 см в случае использования его для взятия пробы продукта с пастообразной консистенцией, сырных соусов). Минерализацию контрольной пробы и все дальнейшие операции проводят аналогично способам минерализации и операциям, осуществляемым с пробой продукта по разделу 9.

Количество повторностей контрольной пробы должно быть не менее двух.

## 8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- относительная влажность окружающего воздуха ..... от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление ..... от 84 до 106 кПа (от 630 до 795 мм рт. ст.).

## 9 Проведение измерений

9.1 В стаканчик с вложенной в него стеклянной палочкой взвешивают пробу:

- 0,100 — 0,200 г для продукта с массовой долей влаги от 3 % до 35 %;
- 0,200 — 0,300 г для продукта с массовой долей влаги от 35 % до 55 %;
- 0,300—0,500 г для продукта с массовой долей влаги от 55 % до 70 %.

Стеклянной палочкой переносят продукт в колбу Кьельдаля или пробирку из термостойкого стекла. Пустой стаканчик со стеклянной палочкой вновь взвешивают и по разнице показателей определяют массу взятого продукта.

**Примечания**

1 Массовая доля влаги в продукте регламентируется в соответствующих нормативных или технических документах.

2 Масса пробы нежирного сыра должна быть не более 0,150 г.

3 Пастообразный плавленый сыр, нежирный сыр взвешивают на пергаменте размером около 2 × 2 см, сырный соус — на пергаменте размером около 3 × 3 см (или в стеклянных стаканчиках вместимостью 2 см<sup>3</sup>). Пробу продукта помещают в колбу Кьельдаля или пробирку из термостойкого стекла вместе с пергаментом (стаканчиком).

**9.2 Минерализация пробы**

9.2.1 В колбу Кьельдаля или пробирку из термостойкого стекла добавляют 4,0 г смеси катализатора и инертной соли по 7.3 и затем осторожно по стенкам приливают 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, смывая с них частицы продукта. Содержимое колбы Кьельдаля или пробирки из термостойкого стекла осторожно перемешивают круговыми движениями. Колбу Кьельдаля закрывают стеклянной пробкой (воронкой).

**9.2.2 Минерализация проб на электрической плитке**

Колбу Кьельдаля устанавливают в металлическую подставку (приложение Б), помещенную на предварительно разогретую в течение 20 мин электроплитку, при этом ручка переключателя мощности зафиксирована в положении 2. После пятиминутного нагрева содержимого колбы терморегулятор переводят в фиксированное положение 3. По истечении 15 мин после переключения терморегулятора в позицию 3 его устанавливают в фиксированное положение 4. В этом режиме нагрева продолжают процесс минерализации до полного обесцвечивания содержимого колбы, при этом минерализат приобретает светлый зеленовато-голубой оттенок (цвет морской волны). После обесцвечивания проб продолжают минерализацию в течение 1 ч.

При наличии черных частиц на горловине колбы Кьельдаля, если они попали туда с конденсатом паров кислоты в период кипения или кислотой при перемешивании содержимого колбы Кьельдаля, колбу следует охладить и смыть эти частицы в колбу небольшим количеством дистиллированной воды (5—6 см<sup>3</sup>), затем продолжить минерализацию в течение 10—15 мин.

После охлаждения колбы Кьельдаля до комнатной температуры в штативе в вытяжном шкафу к минерализату приливают дистиллированную воду объемом 50 см<sup>3</sup>, промывая при этом нижнюю часть стеклянной пробки (кончик и внутренние стенки воронки), собирая смывы в колбу Кьельдаля, а также внутренние стенки колбы Кьельдаля. Далее содержимое колбы Кьельдаля осторожно круговыми движениями перемешивают до растворения осадка. Полученный раствор охлаждают до температуры (20 ± 5) °С.

Проба продукта подготовлена для отгонки аммиака ручным способом.

**9.2.3 Минерализация проб в блочном минерализаторе**

Блочный минерализатор прогревают до температуры 250 °С. Штатив с пробирками из термостойкого стекла ставят на блочный минерализатор так, чтобы пробирки свободно входили в гнезда. После чего сверху на пробирки устанавливают вытяжную насадку (коллектор), которую подключают к скрубберу (водяному насосу). После минерализации в течение 3—5 мин при установленном максимальном разрежении его регулируют так, чтобы кислотные пары не улетучивались из пробирок. После выдержки проб в течение 15 мин устанавливают температуру (420 ± 10) °С и продолжают минерализацию в течение 2 ч. Минерализат должен иметь светлый зеленовато-голубой оттенок (цвет морской волны).

По окончании процесса минерализации вынимают пробирки вместе со штативом и вытяжной насадкой из блочного минерализатора и располагают их рядом с ним. Содержимое пробирок охлаждают в течение 15 мин при включенном насосе до температуры 25 °С—30 °С. Затем вытяжную насадку снимают с пробирок и в каждую пробирку осторожно, обмывая при этом внутренние стенки, наливают цилиндром по 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Содержимое пробирок снова охлаждают до температуры 25 °С—30 °С.

Проба продукта подготовлена для измерения общего азота на анализаторе.

**9.3 Отгонка аммиака в процессе дистилляции с водяным паром и титрование с использованием бюретки****9.3.1 Отгонка аммиака в процессе дистилляции с водяным паром на установке (приложение А)**

Под холодильник 8 подставляют приемную коническую колбу 9 с 20 см<sup>3</sup> раствора для поглощения аммиака по 7.5 так, чтобы конец трубки холодильника был погружен в раствор. Присоединяют к

делительной воронке 5 и каплеуловителю 7 колбу Кьельдаля 10 с минерализованной пробой, конец соединительной трубки должен быть погружен в минерализат.

В делительную воронку 5 наливают 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия по 7.1 и, открывая постепенно кран 6, приливают раствор гидроксида натрия к содержимому колбы Кьельдаля. Закрывают кран 6, открывают зажим 4 и закрывают зажим 2. Проводят отгонку аммиака, который перегоняется паром из колбы Кьельдаля, конденсируется в холодильнике 8 и попадает в приемную коническую колбу 9 с раствором для поглощения аммиака по 7.5. Через 10 мин заканчивают отгонку аммиака, определяя активную кислотность по индикаторной красной лакмусовой бумаге. Для этого убирают подставку 12, лакмусовую бумагу смачивают стекающими в приемную коническую колбу из холодильника каплями. Если индикаторная бумага синее, то отгонку продолжают, опустив конец трубки холодильника в раствор.

Если индикаторная бумага не меняет цвет, конец трубки холодильника обмывают дистиллированной водой объемом 2—3 см<sup>3</sup>, собирая смывы в приемную коническую колбу, вытаскивают ее из-под холодильника и перемешивают.

**Примечание** — Допускается проводить отгонку аммиака без контроля индикаторной красной лакмусовой бумагой, для этого контролем служит общий объем отгона, который должен составлять около 120 см<sup>3</sup>.

После окончания отгонки аммиака открывают зажим 2, отсоединяют колбу Кьельдаля и закрывают зажим 4.

По завершении работы установку для отгонки аммиака обрабатывают паром по 7.8, предварительно промыв делительную воронку дистиллированной водой объемом 150 см<sup>3</sup>.

**Примечание** — При работе на установке для отгонки аммиака необходимо следить за уровнем воды в конической колбе 1, постоянно пополняя ее горячей дистиллированной водой.

### 9.3.2 Титрование с использованием бюретки

Содержимое приемной конической колбы 9 титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> по 7.6 до перехода окраски от зеленой к буро-серой.

### 9.4 Отгонка аммиака и титрование на анализаторе азота

Анализатор азота выполняет следующие функции, контролируемые микропроцессором:

- отгонка аммиака в процессе дистилляции с водяным паром в раствор для поглощения;
- непрерывное титрование аммиака раствором соляной кислоты;
- установление точки эквивалентности при автоматическом титровании.

Пробирку из термостойкого стекла с минерализованной контрольной пробой помещают в блок отгонки анализатора и проводят полный цикл анализа в режиме «Авто». При этом константы программируются следующим образом: «А» — 00.00; «В» — 1.000 и «Бланк» — 00. Величина, отображаемая дисплеем после полного цикла анализа, будет соответствовать объему соляной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, пошедшей на титрование контрольной пробы. Максимальная разница между результатами двух параллельных определений контрольных проб не должна превышать 0,05 см<sup>3</sup>.

**Примечание** — При превышении максимальной разницы между результатами двух параллельных определений контрольных проб измерения повторяют.

Среднеарифметическое значение измеренной величины контрольной пробы  $X_{cp}$  программируется цифрозадатчиком «Бланк».

Далее в блок отгонки анализатора помещают пробирку из термостойкого стекла с минерализованной пробой продукта по 9.2.3 и вводят следующие программируемые константы: «А» — 00.00; «В» — 1.000 и «Бланк» —  $X_{cp}$ .

Проводят полный цикл анализа в режиме «Авто». Снимают показания с дисплея, выражаемые в единицах объема, пошедших на титрование аммиака раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

Выполняют два параллельных определения.

## 10 Обработка результатов измерений

10.1 При ручном способе титрования аммиака массовую долю белка  $X_1$ , %, рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1)c \cdot 1,4007 \cdot 6,38}{m}, \quad (1)$$

где  $V$  — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы продукта, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;

$c$  — молярная концентрация соляной кислоты, моль/дм<sup>3</sup>;

1,4007 — масса азота, эквивалентная 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>, г;

6,38 — коэффициент пересчета массовой доли общего азота на массовую долю белка;

$m$  — масса пробы продукта по 9.1, г.

10.2 При автоматическом способе титрования аммиака массовую долю белка  $X_2$ , %, рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{Vc \cdot 1,4007 \cdot 6,38}{m}. \quad (2)$$

10.3 За окончательный результат определения массовой доли белка в продукте принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака после запятой, если выполняется условие приемлемости (5).

10.4 Результат определения при записи в документах представляют в виде

$$(Y \pm \Delta) \text{ при } P = 0,95, \quad (3)$$

где  $Y$  — среднеарифметическое значение результатов параллельных определений в условиях приемлемости (11.2), %;

$\Delta$  — границы абсолютной погрешности определений (таблица 1), %.

## 11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Характеристики погрешности и ее составляющих при  $P = 0,95$  приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Наименование продукта	Диапазон измерений массовой доли белка	Предел повторяемости ( $n = 2$ ), $r$	Предел воспроизводимости ( $m = 2$ ), $R$	Точность (границы абсолютной погрешности) $\pm \Delta$
Сыры, массы сырные, сыры плавленые сладкие: автоматическое титрование ручное титрование	От 5,0 до 30,0 включ.	0,36 0,47	0,56 0,73	0,4 0,5
Сыры плавленые (ломтевые, пастообразные), соусы сырные: автоматическое титрование ручное титрование	От 5,0 до 30,0 включ.	0,19 0,30	0,29 0,48	0,2 0,3
Сыры нежирные, сыры плавленые сухие: автоматическое титрование ручное титрование	От 30,0 до 55,0 включ.	0,48 0,53	0,71 0,82	0,5 0,6

### 11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли белка в анализируемом продукте, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения,  $n = 2$ ), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (4)$$

где  $X_1, X_2$  — значения результатов двух параллельных определений массовой доли общего азота в продукте, полученные в условиях повторяемости, %;  
 $r$  — предел повторяемости (таблица 1), %.

Если условие (4) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов определений в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

### 11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли белка в продукте, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях,  $m = 2$ ), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подпункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми, если выполняются условия

$$|X'_1 - X'_2| \leq R, \quad (5)$$

где  $X'_1, X'_2$  — значения массовой доли белка в продукте, полученные в двух лабораториях, в условиях воспроизводимости;

$R$  — предел воспроизводимости (таблица 1).

## 12 Требования безопасности

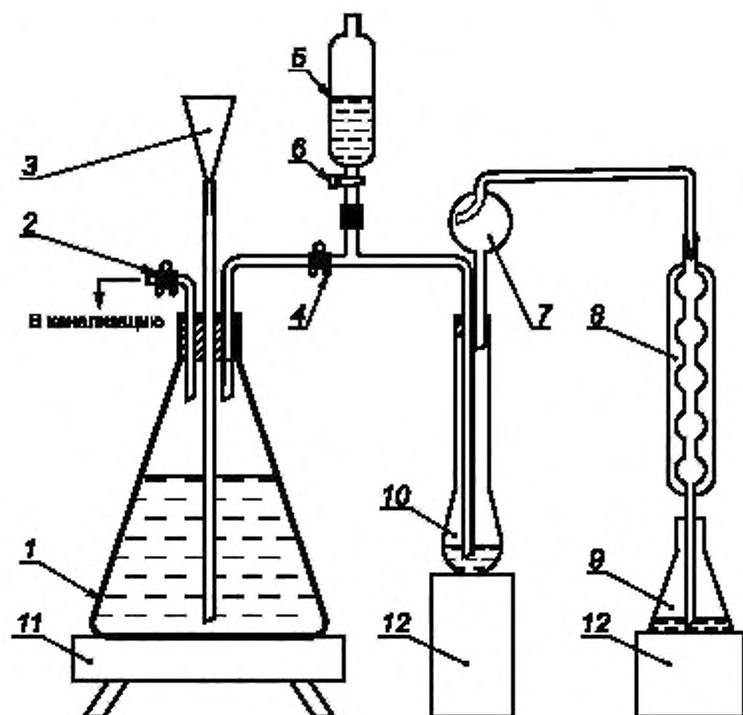
12.1 При проведении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками и приборами по ГОСТ Р 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0, а также требования, изложенные в документах по эксплуатации анализатора азота.

12.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Помещение должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

12.3 К выполнению анализа допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование, или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж и освоившего метод в процессе обучения.

Приложение А  
(обязательное)

А.1 Пример установки для отгонки аммиака в процессе дистилляции с водяным паром приведен на рисунке А.1.

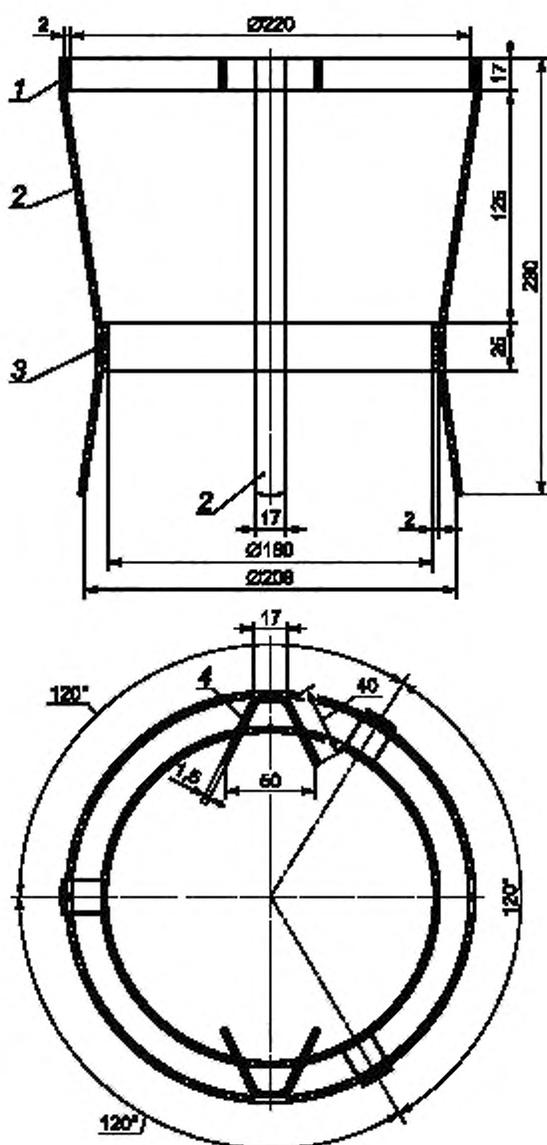


1 — колба коническая из термостойкого стекла (бачок-парообразователь); 2 — зажим; 3 — воронка; 4 — зажим; 5 — делительная воронка для гидроксида натрия; 6 — кран; 7 — каплеуловитель; 8 — холодильник; 9 — колба коническая; 10 — колба Кьельдыля, 11 — электроплитка, 12 — подставка

Рисунок А.1

Приложение Б  
(справочное)

Б.1 Пример подставки для колб Кьельдаля приведен на рисунке Б.1.

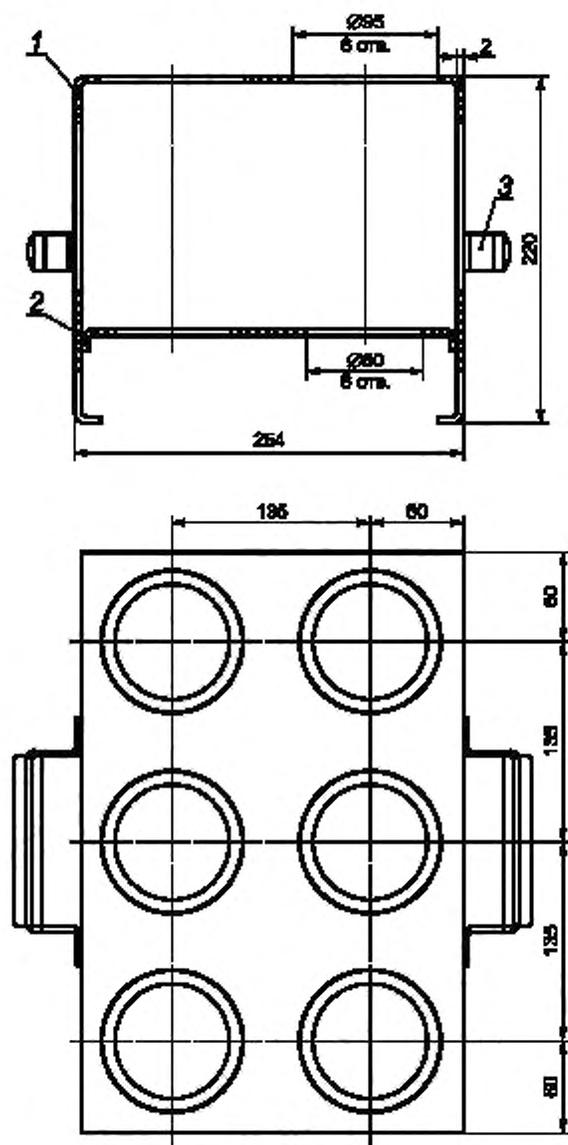


1 — кольцо верхнее; 2 — стойка; 3 — кольцо нижнее; 4 — фиксатор

Рисунок Б.1

Приложение В  
(справочное)

В.1 Пример подставки для колб Кьельдаля приведен на рисунке В.1.



1 – каркас; 2 – основание; 3 – ручка

Рисунок В.1

**Библиография**

- [1] Федеральный Закон от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (с изменением)
- [2] ТУ 6-09-07-1579—87                   Бромкрезоловый зеленый, индикатор
- [3] ТУ 6-09-5169—84                    Метиловый красный, индикатор
- [4] ТУ 2642-001-33813273—97       Стандарт-титры (фиксаналы, нормадозы)

---

УДК 637.3.07.(08):006.354

ОКС 67.100.30

Н19

ОКСТУ 9209

Ключевые слова: сыры, сырные массы, плавленые сыры, сырные соусы, массовая доля белка, метод Кьельдаля, подготовка к проведению измерений, проведение измерений, диапазон измерения, обработка результатов измерений, контроль точности результатов измерений, требования, обеспечивающие безопасность работ

---

Редактор *М.Е. Никулина*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.И. Варенцова*  
Компьютерная верстка *А.В. Бестужевай*

Сдано в набор 12.11.2012. Подписано в печать 19.12.2012. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,60. Тираж 220 экз. Зак. 1137

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru  
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 8.