

ГОСТ Р 51480—99
(ИСО 1841-1—96)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение массовой доли хлоридов.
Метод Фольгарда

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2010

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом мясной промышленности

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 226 «Мясо и мясная продукция»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 636-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 1841-1—96 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлоридов. Часть 1. Метод Фольгарда» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны (за исключением 2, 5.1, 7, 11)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2010 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение массовой доли хлоридов. Метод Фольгарда

Meat and meat products.
Determination of chloride content. Volhard method

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли хлоридов в мясе, включая мясо птицы, и мясных продуктах, с содержанием хлорида натрия не менее 1,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 51447—99 (ИСО 3100-1—91) Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

массовая доля хлоридов в мясе и мясных продуктах: Массовая доля хлоридов, определенная в соответствии с методикой, изложенной в настоящем стандарте, и выраженная как массовая доля хлорида натрия в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на осаждении белков и оттитровывании избытка раствора нитрата серебра раствором роданида калия в кислой среде в присутствии железоаммонийных квасцов в качестве индикатора.

5 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитического качества (не ниже х. ч.).

5.1 Вода, используемая для приготовления реактивов, должна быть дистиллированной и не должна содержать галогенов.

Пробу на отсутствие галогенов проводят по ГОСТ 6709 (3.8.2) или следующим образом: к 100 см³ воды добавляют 1 см³ азотнокислого серебра молярной концентрации $c(\text{AgNO}_3) \sim 0,1$ моль/дм³ и 5 см³ азотной кислоты молярной концентрации $c(\text{HNO}_3) \sim 4$ моль/дм³. Допускается только легкое помутнение.

5.2 Нитробензол или гептиловый спирт

5.3 Кислота азотная, раствор молярной концентрации $c(\text{HNO}_3) \sim 4$ моль/дм³

Смешивают один объем концентрированной азотной кислоты ($1,39 \text{ г/см}^3 \leq \rho \leq 1,42 \text{ г/см}^3$) с тремя объемами воды.

5.4 Растворы для осаждения белков

5.4.1 Раствор А

106 г 3-водного железистосинеродистого калия $[K_4Fe(CN)_6 \times 3H_2O]$ растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки водой.

5.4.2 Раствор Б

220 г 2-водного уксуснокислого цинка $[Zn(CH_3COO)_2 \times 2H_2O]$ растворяют в воде и добавляют 30 см³ ледяной уксусной кислоты. Количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки водой.

5.5 Серебро азотнокислое, стандартный титрованный раствор молярной концентрации $c(AgNO_3) = 0,1$ моль/дм³

16,989 г азотнокислого серебра, предварительно высушенного при температуре (150 ± 2) °С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе, растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки водой.

Раствор хранят в сосуде из темного стекла вдали от прямого солнечного света.

5.6 Калий роданистый, стандартный титрованный раствор, молярной концентрации $c(KSCN) = 0,1$ моль/дм³

Растворяют в воде около 9,7 г роданистого калия. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки водой. Стандартизируют раствор с точностью до 0,0001 моль/дм³ по стандартному раствору азотнокислого серебра, используя в качестве индикатора раствор железоммонийных квасцов.

5.7 Квасцы железоммонийные

При комнатной температуре готовят насыщенный водный раствор 12-водного аммоний-железо (III) сульфата $[NH_4Fe(SO_4)_2 \times 12H_2O]$.

6 Аппаратура и средства измерения

Применяют обычное лабораторное оборудование, а также:

гомогенизатор или мясорубку механическую или электрическую с решеткой диаметром отверстий не более 4,0 мм;

колбы мерные с одной меткой, вместимостью 200 и 1000 см³ и относительной погрешностью $\pm 0,2$ %;

колбы конические вместимостью 250 см³ и относительной погрешностью $\pm 0,2$ %;

бюретки вместимостью 25 и 50 см³ и допускаемой относительной погрешностью $\pm 0,2$ %;

пипетки мерные с одной меткой вместимостью 20 см³ и допускаемой относительной погрешностью $\pm 0,2$ %;

баню водяную;

весы аналитические с допускаемой погрешностью взвешивания $\pm 0,001$ г.

7 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ Р 51447.

Проба должна быть представительной, а также без повреждений и изменений качества продукта при транспортировании и хранении.

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

Пробу хранят таким образом, чтобы предотвратить порчу и изменение химического состава.

8 Подготовка проб

8.1 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более 25 °С.

8.2 Пробу хранят не более 24 ч в воздухонепроницаемом, герметически закрытом сосуде, не допуская порчи и изменения состава продукта.

9 Методика проведения испытаний

9.1 Около 10 г испытуемой пробы взвешивают с точностью до третьего десятичного знака и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³.

9.2 Удаление белковых веществ

В колбу с навеской добавляют 100 см³ горячей воды. Колбу с содержимым нагревают в течение 15 мин на кипящей водяной бане, периодически встряхивая, и оставляют при комнатной температуре для охлаждения. Затем добавляют последовательно 2 см³ раствора А и 2 см³ раствора Б, тщательно взбалтывая после каждого прибавления.

Колбу выдерживают в течение 30 мин при комнатной температуре. Затем содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят объем до метки водой. Тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Примечание — Фильтрат можно использовать для определения содержания нитратов и нитритов. Если в пробе присутствует аскорбиновая кислота, содержание которой более 0,1 %, то к навеске необходимо добавить 0,5 г активированного древесного угля. После смешивания с растворами А и Б содержимое колбы доводят до pH 7,5—8,3 раствором гидроксида натрия.

9.3 Проведение испытания

В коническую колбу пипеткой переносят 20 см³ фильтрата, добавляют мерным цилиндром 5 см³ разбавленной азотной кислоты и в качестве индикатора 1 см³ железоаммонийных квасцов.

В ту же коническую колбу пипеткой вносят 20 см³ раствора азотнокислого серебра, добавляют мерным цилиндром 3 см³ нитробензола или гептилового спирта и тщательно перемешивают. Энергично встряхивают до коагуляции осадка. Содержимое колбы титруют раствором роданистого калия до появления стойкого розового окрашивания. Измеряют объем раствора роданистого калия, израсходованного на титрование, и результат записывают в виде числа, кратного 0,05 см³.

Проводят два единичных определения в одинаковых условиях.

9.4 Контрольное испытание

Контрольное испытание выполняют в соответствии с 9.2 и 9.3, используя такой же объем раствора азотнокислого серебра.

10 Обработка результатов

Массовую долю хлоридов W_{Cl} , %, в расчете на хлорид натрия, вычисляют по формуле

$$W_{\text{Cl}} = 0,05844(V_2 - V_1) \frac{200}{20} \cdot \frac{100}{m} \cdot c = 58,44 \frac{V_2 - V_1}{m} \cdot c, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора роданистого калия, израсходованный на испытание, см³;

V_2 — объем раствора роданистого калия, израсходованный на контрольное испытание, см³;

c — концентрация раствора роданистого калия, моль/дм³;

m — масса навески, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака и записывают в виде числа, кратного 0,05 %.

11 Контроль точности метода

Точность метода установлена межлабораторными испытаниями в соответствии с [1]. Полученные значения сходимости, r , и воспроизводимости, R , соответствуют доверительной вероятности 95 %.

11.1 Сходимость

Расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в одной лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования, выполненными за короткий промежуток времени, не должно превышать в процентах:

0,15 — для проб с содержанием хлорида натрия от 1,0 до 2,0 %;

0,20 — для проб с содержанием хлорида натрия более 2,0 %.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух единичных определений, округленное до первого десятичного знака.

11.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования, не должно превышать в процентах:

0,20 — для проб с содержанием хлорида натрия от 1,0 до 2,0 %;

0,30 — для проб с содержанием хлорида натрия более 2,0 %.

12 Оформление результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на метод, в соответствии с которым производился отбор проб;

- ссылку на используемый метод;

- полученные результаты;

- сходимость.

В протоколе испытаний должны быть отражены все подробности проведения испытания, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными, которые могли повлиять на результат.

Протокол испытаний должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

Библиография

- [1] Beljaars P.R. and Horwitz W., Comparison of the Volhard and potentiometric methods for the determination of chloride in meat products: Collaborative study. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 68, 1985, pp. 480—484

УДК 637.5:543.06:006.354

ОКС 67.120.10

Н19

ОКСТУ 9209,
9210

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, продукты животного происхождения, пищевые продукты, мясо, мясо птицы, мясные продукты, химические анализы, определение содержания, хлориды
