ГОСТ 25555.4—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЫ И ЩЕЛОЧНОСТИ ОБЩЕЙ И ВОДОРАСТВОРИМОЙ ЗОЛЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.841/851.001.4:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Методы определения золы и щелочности общей и водорастворимой золы

ГОСТ 25555.4—91

Fruit and vegetable products.
Methods for determination of ash and alkalinity of total ash and water-soluble ash

МКС 67.080.01
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки плодов и овощей и устанавливает методы определения массовой доли золы, щелочности общей золы и щелочности водорастворимой золы.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 1750, ГОСТ 13341, ГОСТ 26313, ГОСТ 27853, ГОСТ 28741 и действующей нормативно-технической документации на быстрозамороженную продукцию.

1.2. Подготовка проб — по ГОСТ 1750, ГОСТ 13341, ГОСТ 26671, ГОСТ 28741.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ

2.1. Сущность метода

Метод основан на озолении пробы продукта при температуре (525 ± 25) °С и определении массы золы.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима 40—150 °С с погрешностью не более 5 °С.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания до 200 г не ниже 2-го класса точности.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима 150—700 °С с погрешностью не более 25 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или лампа инфракрасная мощностью 500 Вт.

Эксикатор по ГОСТ 25336 с подходящим агентом для сушки.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147 или кварцевые, или платиновые вместимостью 25 $см^3$.

Фильтры обеззоленные по НТД.

Водорода перекись по ГОСТ 177 (раствор с объемной концентрацией 5 %).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 $г/см^3$, ч. д. а.

Примечание. Допускается использование других аппаратуры, материалов и реактивов с техническими характеристиками не ниже указанных.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

2.3. Подготовка к испытанию

Тигли после обычной мойки промывают горячей водой, кипятят 10 мин в концентрированной соляной кислоте, промывают водой и ополаскивают дистиллированной водой, сушат в сушильном шкафу, после чего прокаливают при температуре 525 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.4. Проведение испытания

Навеску продукта массой от 5 до 25 г помещают в тигли, подготовленные, как указано в п. 2.3.

Содержимое тигля выпаривают на водяной бане до сухого остатка, подсушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С, осторожно обугливают на электрической плитке или под инфракрасной лампой, не допуская воспламенения или разбрызгивания пробы, помещают в электропечь, повышая температуру через каждые 30 мин на 50 °С от 150 до (525 ± 25) °С и прокаливают до получения золы без обугленных частиц. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока снижение массы тигля с золой окажется не более 0,0010 г.

Полученная зола должна быть белого или светло-серого цвета (при наличии железа — с коричнево-красным оттенком, а при наличии меди или марганца — с зеленым оттенком).

Для ускорения озоления содержимое тигля после охлаждения увлажняют несколькими каплями раствора перекиси водорода, которую испаряют в сушильном шкафу при 100 °С, а сухой остаток снова прокаливают до полного озоления пробы.

Если продукты содержат более 2 % хлористого натрия во избежание его потери обугленный остаток продукта заливают горячей дистиллированной водой и нагревают на кипящей водяной бане 15—30 мин. Содержимое тигля фильтруют в коническую колбу, фильтр промывают несколько раз кипящей водой. Фильтр с осадком переносят в тот же тигель, обугливают на плитке и прокаливают в электрической печи до полного озоления.

В охлажденный тигель с золой переносят полученный ранее фильтрат, выпаривают на водяной бане, сушат в сушильном шкафу и прокаливают в электрической печи в течение 30 мин. После чего тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока снижение массы тигля с золой окажется не более 0,0010 г.

2.5. Обработка результатов

Массовую долю золы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m - m_1}{m_2} \cdot 100,$$

где m — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса тигля, г;

m_2 — масса навески продукта, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать 5 % ($P = 0,95$).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЩЕЛОЧНОСТИ ОБЩЕЙ ЗОЛЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении золы в титрованном растворе соляной кислоты и обратном титровании раствора золы в присутствии индикатора.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Бюретка по НТД вместимостью 25 см^3.

Пипетка по НТД вместимостью 25 см^3, исполнения 2 или 3.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Палочки из химико-лабораторного стекла по ГОСТ 21400.

Баня водяная.

Фильтры обеззоленные по НТД.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, ч. д. а., титрованный раствор c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., титрованный раствор c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

Метиленовый голубой, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Метиловый оранжевый по НТД, раствор массовой концентрации 1 г/дм^3.

Индикатор смешанный, готовят смешиванием 4 см^3 раствора метиленового голубого со 100 см^3 раствора метилового оранжевого.

3.3. Проведение испытания

В тигель с золой, полученной как указано в п. 2.4, вносят пипеткой 25 см^3 раствора соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и кипятят 2—3 мин. Раствор количественно переносят в коническую колбу, промывая тигель небольшим количеством горячей дистиллированной воды. При необходимости раствор фильтруют и фильтр промывают водой.

После охлаждения в раствор добавляют 2 капли смешанного индикатора и титруют раствором щелочи до изменения окраски индикатора от красно-фиолетовой до зеленой.

3.4. Обработка результатов

Щелочность общей золы (X_1) в кубических сантиметрах раствора соляной кислоты c (HCl) = 1 моль/дм^3, необходимой для нейтрализации золы, полученной из 100 г продукта, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 - V_2}{10} \cdot \frac{100}{m_2},$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, внесенной в пробу (V_1 = 25), см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, пошедшей на титрование, см^3;

m_2 — по п. 2.5.

Щелочное число общей золы (N_1) в кубических сантиметрах раствора соляной кислоты c (HCl) = 1 моль/дм^3, необходимой для нейтрализации 1 г золы, вычисляют по формуле

$$N_1 = \frac{V_1 \cdot V_2}{10} \cdot \frac{1}{m - m_1},$$

где m и m_1 — по п. 2.5.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать 5 % (P = 0,95).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЩЕЛОЧНОСТИ ВОДОРАСТВОРИМОЙ ЗОЛЫ

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении золы в горячей воде и нейтрализации водного раствора титрованным раствором соляной кислоты в присутствии индикатора.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы — по п. 3.2, за исключением раствора гидроокиси натрия.

4.3. Проведение испытания

В тигель с золой, полученной, как указано в п. 2.4, вносят 20 см^3 горячей воды, нагревают до кипения, накрыв тигель часовым стеклом. Раствор фильтруют в коническую колбу вместимостью 250 см^3, промывая тигель и фильтр небольшим количеством горячей воды.

После охлаждения в раствор добавляют 2 капли смешанного индикатора и титруют раствором соляной кислоты до изменения окраски от зеленой до красно-фиолетовой.

4.4. Обработка результатов

Щелочность водорастворимой золы (X_2) в кубических сантиметрах раствора соляной кислоты c (HCl) = 1 моль/дм^3, необходимой для нейтрализации водного раствора золы, полученной из 100 г продукта, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_3}{10} \cdot \frac{100}{m_2},$$

где V_3 — объем раствора соляной кислоты c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, пошедшей на титрование, см^3;

m_2 — по п. 2.5.

Щелочное число водорастворимой золы (N_2) в кубических сантиметрах раствора соляной кислоты c (HCl) = 1 моль/дм^3, необходимой для нейтрализации 1 г золы, вычисляют по формуле

$$N = \frac{V_3}{10} \cdot \frac{1}{m - m_1},$$

где m и m_1 — по п. 2.5.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать 5 % (P = 0,95).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским институтом консервной промышленности (ВНИИКОП) и Техническим комитетом по стандартизации «Продукты переработки плодов и овощей»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 25.12.91 № 2116**

3. **Настоящий стандарт соответствует ИСО 5520—81 в части сущности методов определения и обработки результатов**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 25555.4—82**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 177—88	2.2	ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 1750—86	1.1, 1.2	ГОСТ 21400—75	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 24104—88	2.2
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2	ГОСТ 25336—82	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	3.2	ГОСТ 26313—84	1.1
ГОСТ 9147—80	2.2	ГОСТ 26671—85	1.2
ГОСТ 13341—77	1.1, 1.2	ГОСТ 27853—88	1.1
ГОСТ 14919—83	2.2	ГОСТ 28741—90	1.1, 1.2

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2011 г.**

gost.e-ecolog.ru