ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Метод определения содержания азота по Кьельдалю

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 «Продукты переработки плодов и овощей»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 593-ст

3 Стандарт гармонизирован с европейским стандартом ЕН 12135:1997 «Соки фруктовые и овощные. Определение содержания азота. Метод Кьельдаля»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Метод определения содержания азота по Кьельдалю

Fruit and vegetable juices.
Kjeldahl method for determination of nitrogen content

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки и подобные им продукты и устанавливает метод определения содержания азота по Кьельдалю в диапазоне измерений массовой концентрации азота от 300 до 2000 мг/дм^3, массовой доли — от 300 до 2000 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки. Методы отбора проб

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 26889—86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) 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 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51431—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности

ГОСТ Р 51433—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения содержания растворимых сухих веществ рефрактометром

ИСО 3696—87** Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе стандарта ИСО.

Издание официальное

3 Определения и обозначения

3.1 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1.1 **общее содержание азота:** Количество присутствующего в продукте азота, определяемое в условиях, оговоренных в настоящем стандарте, и выраженное в миллиграммах на кубический дециметр или в миллиграммах на килограмм продукта.

3.2 Обозначения

В настоящем стандарте используют следующие обозначения:

c — молярная концентрация вещества;

ρ — массовая концентрация вещества;

x — массовая доля вещества;

φ — объемная доля.

4 Сущность метода

Метод основан на разложении пробы продукта с помощью концентрированной серной кислоты в присутствии катализатора с целью превращения органического азота в сульфат аммония, доведении разбавленного раствора до щелочного значения pH, перегонке освободившегося аммиака в раствор с избыточным содержанием борной кислоты, титровании серной или соляной кислотой для определения количества аммония, связанного борной кислотой, и вычислении содержания азота в пробе через количество полученного аммония.

5 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 50 или 200 г не ниже 3-го класса точности.

Колба Кьельдаля по ГОСТ 25336 вместимостью 100 $см^3$.

Аппарат для разложения с эффективным устройством отсоса кислотного дыма, образующегося при разложении продукта.

Аппарат для дистилляции, отвечающий требованиям ГОСТ 26889.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169 вместимостью 10 и 50 $см^3$.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 10 и 50 $см^3$.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 50 $см^3$.

Бюретка по ГОСТ 29251 1-го класса.

Колба коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 250 или 500 $см^3$.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Вспомогательные средства для кипячения (стеклянные шарики, кусочки фарфора и пр.).

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., ρ_{20} (H_2SO_4) = 1,84 $г/см^3$.

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ: концентрированная серная кислота вызывает коррозию и является пожароопасным веществом! Носите непроницаемые перчатки. Избегайте попадания кислоты на кожу.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., стандартный раствор c ($^1/_2$ H_2SO_4) = =0,1 $моль/дм^3$ или стандарт-титр [1] или

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а., стандартный раствор c (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$ или стандарт-титр [1].

Калий сернокислый (K_2SO_4) по ГОСТ 4145, х.ч.

Медь (II) сернокислая безводная ($CuSO_4$) [2] или

Медь (II) сернокислая 5-водная ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 4165, х.ч.

Каталитическая смесь: 100 г сульфата калия и 10 г сульфата меди (II) или 15,64 г сульфата меди (II) пятиводного, тщательно перемешанные в ступке.

Двуокись селена (SeO_2) [3].

Натрия гидроокись (NaOH) по ГОСТ 4328, х.ч., раствор ρ = 400 $г/дм^3$.

Кислота борная (H_3BO_3) по ГОСТ 9659, х.ч. или ч.д.а., раствор ρ = 20 $г/дм^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта, φ (CH_3CH_2OH) = 95 %.

Метиловый красный [4].

Метиленовый голубой [5].

Индикаторный раствор: 100 мг метилового красного и 50 мг метиленового голубого растворены в 100 $см^3$ этилового спирта.

Вода для лабораторного анализа по ИСО 3696 не ниже третьей категории качества.

Допускается использование других средств измерений, лабораторного оборудования, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

6.2 Подготовка проб — по ГОСТ 26671.

Концентрированные продукты разводят водой до заданного значения относительной плотности в соответствии с нормативным или техническим документом на конкретный вид продукта. Определяют относительную плотность разбавленного продукта по ГОСТ Р 51431 и ее значение указывают в протоколе.

7 Проведение испытаний

7.1 Разрушение органических веществ

Проводят два параллельных определения.

Пробу продукта объемом от 10 до 20 см^3 (V_s) или навеску продукта массой от 10 до 20 г (m) помещают в колбу Кьельдаля и переносят туда же несколько стеклянных шариков или других вспомогательных средств, используемых при кипячении. Пробу при необходимости разбавляют водой и осторожно нагревают на аппарате или в аппарате для разложения до тех пор, пока исследуемый образец не потемнеет, но не до полного его высушивания, после чего охлаждают.

Рассчитывают необходимое для анализа количество концентрированной серной кислоты, исходя из того, что на каждый 1 г растворимых сухих веществ в пробе сока (большинство из которых являются сахарами) требуется 4 см^3 концентрированной серной кислоты; содержание растворимых сухих веществ в продукте находят через величину его относительной плотности, определяемой по ГОСТ Р 51431, или устанавливают по рефрактометру по ГОСТ Р 51433.

В колбу Кьельдаля после ее остывания вносят найденное расчетом количество серной кислоты плюс 1 см^3 дополнительно. Добавляют 0,9 г каталитической смеси и одну гранулу двуокиси селена.

Колбу снова осторожно нагревают на или в аппарате для разложения, продолжая кипячение до тех пор, пока раствор не станет прозрачным, при этом часто поворачивают колбу так, чтобы на ее внутренней поверхности не осталось никаких частиц. Затем поддерживают кипение жидкости еще в течение 60 мин.

Охлаждают до комнатной температуры. Аккуратно добавляют примерно 35 см^3 воды. Перемешивают и снова охлаждают.

7.2 Перегонка

В коническую колбу вносят 30—50 см^3 раствора борной кислоты и 1-2 капли раствора индикатора, содержимое перемешивают. Присоединяют колбу к холодильнику аппарата для дистилляции так, чтобы кончик выходной трубки был погружен в раствор борной кислоты.

Количественно переносят содержимое колбы Кьельдаля в дистилляционную установку. Добавляют с помощью мерного цилиндра 20—30 см^3 раствора гидроокиси натрия.

Ведут перегонку так, чтобы за 4—5 мин собиралось примерно 100 см^3 дистиллята. Следят, чтобы дистиллят эффективно охлаждался и температура содержимого конической колбы в течение процесса перегонки не превышала 25 °С. Примерно за 30 с до окончания перегонки опускают коническую колбу так, чтобы кончик выходной трубки больше не был погружен в раствор кислоты, и споласкивают кончик небольшим количеством воды.

7.3 Титрование

Титруют дистиллят в конической колбе, используя стандартный раствор кислоты, до тех пор, пока индикатор опять не приобретает розовый цвет. Записывают значение объема (V) серной или соляной кислоты, пошедшего на титрование.

8 Обработка и оформление результатов

Массовую концентрацию общего азота в исследуемом продукте ρ, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$\rho = M \cdot c \cdot \frac{V}{V_s} \cdot 10^3, \qquad (1)$$

где M — молярная масса азота, г/моль, $M(N)$ = 14 г/моль;

c — молярная концентрация титрованного раствора, c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 или c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3;

V — объем раствора серной или соляной кислоты, израсходованной на титрование, см^3;

V_s — объем пробы продукта, см^3.

Массовую концентрацию общего азота выражают целым числом.

Массовую долю общего азота в исследуемом продукте x, мг/кг, вычисляют по формуле

$$x = M \cdot c \cdot \frac{V}{m} \cdot 10^3, \qquad (2)$$

где m — масса навески продукта,г.

Массовую долю общего азота выражают целым числом.

Относительное расхождение между результатами двух определений, полученными при анализе одной и той же пробы продукта одним оператором с использованием одного и того же оборудования за возможно минимальный интервал времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости, равного 3 % (P = 0,95). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до трех значащих цифр.

Относительное расхождение между результатами определений, полученными для одной и той же пробы продукта в двух различных лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости, равного 9 % (P = 0,95).

Пределы относительной погрешности определения содержания азота при соблюдении условий, регламентируемых настоящим стандартом, не превышают ±6 % (P = 0,95).

В протоколе испытаний указывают:

- информацию, необходимую для идентификации исследуемого продукта (вид продукта, происхождение, шифр);
- ссылку на настоящий стандарт;
- дату и способ отбора проб (по возможности);
- дату получения пробы для испытаний;
- дату проведения испытаний;
- результаты испытаний с указанием погрешности и единицы измерений;
- соблюдение норматива контроля сходимости результатов;
- особенности проведения испытаний (разведение концентрированной пробы, относительную плотность разведенной пробы и пр.);
- отклонения условий проведения испытаний от описанных в стандарте, которые могли повлиять на результат.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-2540—72 Стандарт-титры
[2] ТУ 6-09-4525—77 Медь (II) сернокислая безводная
[3] ТУ 6-09-1338—76 Двуокись селена
[4] ТУ 6-09-4070—75 Индикаторы. Метиловый красный
[5] ТУ 6-09-29—76 Индикаторы. Метиленовый голубой

ОКС 67.160.20 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: фруктовые и овощные соки, определение содержания, азот, метод Кьельдаля

gost.e-ecolog.ru