ГОСТ Р 51444—99
(ИСО 1841-2—96)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Потенциометрический метод определения массовой доли хлоридов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Временным творческим коллективом с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 116 «Продукты переработки птицы, яиц и сублимационной сушки»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 116 «Продукты переработки птицы, яиц и сублимационной сушки»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 599-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 1841-2—96 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлоридов. Часть 2. Потенциометрический метод» содержит дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства (разделы 1, 2, 5, 6)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2010 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© 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

Потенциометрический метод определения массовой доли хлоридов

Meat and meat products.
Potentiometric method for determination of cloride content

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо и мясные продукты, включая мясо птицы и продукты из него, и устанавливает потенциометрический метод определения содержания хлоридов с массовой долей хлорида натрия не менее 0,25 % массы продукта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. 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 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 51447—99 (ИСО 3100-1—91) Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

содержание хлоридов в мясе и мясных продуктах, включая мясо птицы и продукты из него: Общее содержание хлоридов, определенное потенциометрическим методом и выраженное в виде массовой доли хлорида натрия в процентах.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в диспергировании навески в воде с дальнейшим подкислением аликвоты полученной суспензии и потенциометрическим титрованием ее раствором азотнокислого серебра с использованием серебряного электрода.

---

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

5 Средства испытаний

5.1 Реактивы

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

Вода дистиллированная и не содержащая галогенов по ГОСТ 6709.

Кислота азотная концентрированная ρ_{20} = 1,40 г/см^3 по ГОСТ 4461.

Серебро азотнокислое, стандартный титрованный раствор c ($AgNO_3$) = 0,0856 моль/дм^3 по ГОСТ 1277.

Хлорид натрия, стандартный титрованный раствор c (NaCl) = 0,0856 моль/дм^3 по ГОСТ 4233.

5.2 Аппаратура

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры до 15 °С.

Измельчитель пробы образца механический или электрический, например высокоскоростной ротационный измельчитель (куттер) или мясорубка с диаметром отверстий решетки не более 4,5 мм по ГОСТ 4025.

Гомогенизатор лабораторный с переключателем, на низкую и высокую частоту вращения и емкостью вместимостью 1000 см^3 (например размельчитель тканей РТ-1).

Электрод серебряный комбинированный или отдельные серебряный индикаторный электрод и стеклянный электрод сравнения.

Мешалка магнитная с регулировкой для настройки на постоянную скорость перемешивания.

pH-метр предпочтительно с непосредственным, например цифровым, отсчетом показаний, ценой деления шкалы не более 10 мВ и диапазоном измерения не менее 700 мВ.

Пипетки вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 29227.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания ± 0,1 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания ± 0,001 г по ГОСТ 24104.

Колба мерная вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 29251.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

6 Порядок подготовки к проведению испытаний

6.1 Отбор пробы

Отбор проб является важным этапом исследования, в лабораторию должна поступать представительная проба образца без повреждений и изменений при транспортировании и хранении. Рекомендуемый метод отбора проб — по ГОСТ Р 51447. Из объединенной пробы отбирают не менее 200 г лабораторного образца.

6.2 Подготовка пробы

Лабораторный образец пробы по 6.1 измельчают на оборудовании по 5.2; при этом температура образца пробы не должна подниматься выше 25 °С. При использовании мясорубки пробу продукта пропускают через нее дважды.

Подготовленную пробу помещают в воздухонепроницаемую емкость, закрывают и хранят, не допуская порчи и изменения состава продукта. Испытания (анализ) образца проводят по возможности быстрее, но не позднее 24 ч после измельчения.

6.3 Подготовка растворов

6.3.1 Пробу на отсутствие галогенов в воде проводят по ГОСТ 6709 или следующим образом. К 100 см^3 воды добавляют 1 см^3 раствора азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) ≈ 0,1 моль/дм^3 и 5 см^3 азотной кислоты молярной концентрации c (HNO_3) ≈ 4 моль/дм^3. Допускается только легкое помутнение.

6.3.2 Приготовление раствора азотной кислоты

20 см^3 концентрированной азотной кислоты (по 5.1) приливают к 200—300 см^3 воды и доводят объем до 1000 см^3.

6.3.3 Приготовление раствора азотнокислого серебра

Азотнокислое серебро высушивают в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре (150 ± 2) °С и охлаждают в эксикаторе, затем берут навеску 14,541 г и растворяют в воде. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до отметки.

Раствор хранят в темной стеклянной посуде, предохраняя от воздействия солнечных лучей.

6.3.4 Приготовление раствора хлорида натрия

Хлорид натрия высушивают в течение 2 ч при температуре (110 ± 2) °С и охлаждают в

эксикаторе, затем берут навеску 5,000 г и растворяют в воде. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки.

6.4 Подготовка электродов

Перед первым использованием электродов и ежедневно перед исследованиями рабочую поверхность серебряного комбинированного электрода чистят чистящим порошком или другим подходящим средством, затем тщательно ополаскивают водой; некоторые виды образцов ополаскивают горячей водой. Очистку других электродов проводят в соответствии с рекомендациями изготовителя. Повторную чистку проводят, если необходимо предотвратить дрейф измеряемого потенциала конечной точки. При работе с несколькими образцами электроды периодически промывают водой и для предотвращения образования на них пленки вытирают тканью. Комбинированные серебряные электроды не требуют заполнения хлоридом серебра.

7 Порядок проведения испытаний

Для проверки сходимости следует выполнить два параллельных (одиночных) определения в одинаковых условиях.

7.1 Взятие навески образца

В емкости гомогенизатора вместимостью 1000 см^3 взвешивают (50 ± 0,1) г пробы, подготовленной по 6.2.

7.2 Получение суспензии образца

В емкость гомогенизатора с навеской по 7.1 добавляют 450 см^3 воды (по 6.3.1); емкость закрывают и включают гомогенизатор на низкую частоту вращения для начального размешивания. Затем устанавливают высокую частоту вращения и перемешивают в течение 1—2 мин так, чтобы твердый материал был однородно суспензирован.

Сразу после окончания гомогенизации в предварительно взвешенный стакан вместимостью 250 см^3 пипеткой вносят 50 см^3 суспензии образца. Определяют общую массу и продолжают исследования по 7.4.

7.3 Построение кривой титрования

7.3.1 В стакан вместимостью 250 см^3 вносят пипеткой 25 см^3 раствора хлорида натрия по 6.3.4, разбавляют водой до общего объема, равного примерно 50 см^3, и добавляют 50 см^3 раствора азотной кислоты по 6.3.2.

Электроды, подготовленные по 6.4, опускают в полученный раствор и начинают перемешивание. Устанавливают постоянную скорость вращения магнитной мешалки, обеспечивающую во время титрования энергичное перемешивание без разбрызгивания жидкости.

Титруют раствором азотнокислого серебра по 6.3.3, регулируя скорость капания по скорости изменения потенциала, регистрируемого pH-метром, так, чтобы можно было построить график изменения потенциала с хорошо фиксированной точкой перегиба в милливольтах (по оси *Y*) в зависимости от объема добавленного раствора азотнокислого серебра (см^3), пошедшего на титрование (по оси *X*). Всего добавляют 50 см^3 раствора азотнокислого серебра для получения полной кривой титрования.

Точку перегиба определяют, проведя две прямые линии под углом наклона 45° к осям и касательно к кривой титрования в двух точках ее наибольшей кривизны.

Примечание — Точка перегиба определяется как точка пересечения кривой титрования и линии, находящейся посередине между проведенными линиями и параллельно им.

Точку перегиба используют как конечную точку при титровании раствора образца (по 7.4). Периодически перепроверяют потенциал конечной точки относительно связующего потенциала электрода сравнения. При замене электродов или pH-метра строят новую кривую титрования и определяют конечную точку.

Исходя из израсходованного на титрование объема, рассчитывают молярную концентрацию раствора азотнокислого серебра и доводят ее до 0,0856 моль/дм^3.

7.4 Титрование пробы

В стакан с навеской суспензии образца добавляют 50 см^3 разбавленной азотной кислоты (по 6.3.2) и титруют так же, как и раствор хлорида натрия (7.3). При концентрации хлорида натрия, равной или менее 1 %, используют бюретку вместимостью 10 см^3.

При проведении серии испытаний одного и того же продукта для большей точности используют конечную точку, измеренную по кривой титрования этого мясного продукта, а не конечную точку, полученную со стандартными растворами хлорида натрия.

7.5 Контрольное испытание

Контрольное испытание выполняют по 7.2—7.4, заменив суспензию образца водой.

8 Правила обработки результатов испытаний

Массовую долю хлоридов ω_{Cl}, %, в пересчете на хлорид натрия, вычисляют по формуле

$$\omega_{Cl} = \frac{(V_1 - V_2)\, c\, 50 \cdot 58{,}44}{m_1\, m}, \qquad (1)$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра (6.3.3), израсходованный на титрование суспензии образца (7.4) $см^3$;

V_2 — объем раствора азотнокислого серебра (6.3.3), израсходованный на контрольное титрование (7.5), $см^3$;

c — концентрация раствора азотнокислого серебра (6.3.3), моль/$дм^3$;

m_1 — масса испытуемой суспензии (7.2), г;

m — масса навески испытуемой пробы, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака, а результат округляют до первого десятичного знака.

9 Контроль точности результатов испытаний

Значения, полученные для предела сходимости r и предела воспроизводимости R, соответствуют уровню доверительной вероятности 95 %.

9.1 Сходимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными за короткий промежуток времени одним и тем же методом, на идентичном испытуемом образце, в той же лаборатории, тем же лаборантом, при использовании того же оборудования, не должно превышать предел сходимости r, который вычисляют по формуле

$$r = 0{,}002 + 0{,}033\, \omega_{Cl}, \qquad (2)$$

где ω_{Cl} — среднеарифметическое значение двух результатов определения массовой доли хлорида натрия, %.

9.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными одним и тем же методом, на идентичном испытуемом образце, в разных лабораториях, разными лаборантами, при использовании разного оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости R, который вычисляют по формуле

$$R = 0{,}005 + 0{,}066\, \omega_{Cl}, \qquad (3)$$

где ω_{Cl} — среднеарифметическое значение двух результатов определения массовой доли хлорида натрия, %.

10 Оформление протокола испытания

Протокол испытания должен включать:

- метод отбора проб, если он известен;
- используемый метод испытания;
- полученные результаты;
- оценку полученных результатов.

Следует также указать все операции, не предусмотренные настоящим стандартом, или рассматриваемые как необязательные, а также любые факторы, которые могут повлиять на результаты испытания.

В протокол включают все данные, необходимые для полной идентификации образца.

УДК 637.5:543.06:006.354 ОКС 67.120.10 Н19 ОКСТУ 9209, 9210

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, животные продукты, пищевые продукты, мясные продукты, химические анализы, определение содержания, хлориды, потенциометрический метод