НАЦИОНАЛЬНЫЕ СТАНДАРТЫ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения токсичных элементов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Вниманию читателей!

Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» подготовил к изданию в 2010 году сборники национальных стандартов, скомплектованные по отраслевому (тематическому) принципу.

В сборники включаются официальные публикации стандартов со всеми изменениями и поправками, утвержденными (принятыми) на дату издания сборника.

В 2010 году выйдут в свет сборники стандартов по следующей тематике:

Зернобобовые культуры. Технические условия

Зерновые культуры. Технические условия

Изделия кондитерские. Методы анализа

Картофель, овощи, бахчевые культуры. Технические условия

Крупяные продукты.Технические условия. Методы анализа

Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской и хлебопекарной промышленности

Плоды косточковые. Технические условия

Продукты мясные. Методы анализа

Продукты переработки плодов и овощей. Методы анализа

Продукты переработки пшеницы. Макаронные изделия. Технические условия. Методы анализа

Продукты пищевые, консервы. Методы микробиологического анализа

Рыба живая, охлажденная и мороженая. Технические условия

Рыба и рыбные продукты. Методы анализа. Маркировка. Упаковка

Семена масличных культур

Соки. Технические условия. Методы анализа

Сырье и продукты пищевые. Методы определения токсичных элементов

Единая система конструкторской документации (ЕСКД)

Единая система программной документации (ЕСПД)

Система разработки и постановки продукции на производство

Болты с шестигранной головкой и шестигранные гайки диаметром до 48 мм. Конструкция и размеры

Нефть и нефтепродукты. Общие правила и нормы

Трубы металлические и соединительные части к ним. Часть 2. Трубы нарезные

Трубы металлические и соединительные части к ним. Часть 4. Трубы из черных металлов и сплавов литые и соединительные части к ним. Основные размеры. Методы технологических испытаний труб

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

ГОСТ 26186—84

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ, КОНСЕРВЫ МЯСНЫЕ И МЯСОРАСТИТЕЛЬНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИДОВ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

УДК 664.8/.9:546.131.06:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ, КОНСЕРВЫ МЯСНЫЕ И МЯСОРАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения хлоридов

ГОСТ 26186—84

Fruit and vegetable products, meat and meat-vegetable cans. Methods for determination of chloride content

МКС 67.050
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки плодов и овощей, мясные и мясорастительные консервы, включая продукты питания из картофеля, и устанавливает методы определения хлоридов.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26313, ГОСТ 28741, ГОСТ 27853 и ГОСТ 8756.0.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ПО ФОЛЬГАРДУ

2.1. *Сущность метода*

Метод основан на осаждении хлоридов добавлением титрованного раствора азотнокислого серебра и обратном титровании его избытка титрованным раствором роданистого калия в присутствии железоаммонийных квасцов в качестве индикатора.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества мясных и мясорастительных консервов.

2.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104*, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, не ниже 3-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 500 г, 4-го класса точности.

Баня водяная.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или лампа инфракрасная мощностью 500 Вт.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканы химические по ГОСТ 25336, вместимостью 50, 250, 400 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 с одной отметкой, вместимостью 250, 1000 $см^3$.

Пипетки мерные по ГОСТ 29227, вместимостью 1, 2, 5, 20 $см^3$.

Бюретки по ГОСТ 29251, вместимостью 25, 50 $см^3$ и ценой деления 0,05 $см^3$.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 10, 25, 250 $см^3$.

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

Воронка по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

*С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001 (На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008) (здесь и далее).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1984
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3, готовят следующим образом: азотнокислое серебро высушивают при температуре 145—150 °С в течение 2 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, берут навеску 16,989 г, растворяют в воде, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор c (KCNS) = 0,1 моль/дм^3, готовят следующим образом: 9,720 г роданистого калия растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем водой до метки. Точную молярную концентрацию раствора определяют титрованием раствором $AgNO_3$ в присутствии сульфата железа и аммония.

Сульфат железа (III) и аммония (железоаммонийные квасцы), раствор водный, насыщенный при температуре 15—20 °С, готовят следующим образом: 56 г железоаммонийных квасцов растворяют в 44 см^3 воды, фильтруют и подкисляют, приливая 5 см^3 азотной кислоты плотностью 1,39—1,42 г/дм^3 на 100 см^3 раствора.

Нитробензол.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой концентрацией 252 г/дм^3, готовят следующим образом: смешивают 1 объем азотной кислоты плотностью 1,39—1,42 г/см^3 с 3 объемами воды.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, насыщенный раствор с массовой концентрацией около 65 г/дм^3.

Калий азотистокислый по ГОСТ 4144, кристаллический, или натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, кристаллический.

Калий железистосинеродистый, гидрат по ГОСТ 4207, раствор с массовой концентрацией 106 г/дм^3 (реактив Карреза I).

Кислота уксусная, ледяная по ГОСТ 61.

Цинк уксуснокислый, гидрат по ГОСТ 5823, раствор готовят следующим образом: растворяют 220 г уксуснокислого цинка в 30 см^3 уксусной кислоты и разбавляют раствор дистиллированной водой до 1000 см^3 (реактив Карреза II).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. *Проведение испытания*

2.3.1. При определении хлоридов в мясных и мясорастительных консервах, не содержащих антоциановых пигментов, из подготовленной пробы продукта в химический стакан берут навеску массой 10 г и количественно переносят ее 100 см^3 горячей воды в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Смесь, периодически взбалтывая, нагревают в течение 15 мин на водяной бане. После охлаждения до комнатной температуры в колбу добавляют при перемешивании мерным цилиндром 2 см^3 реактива Карреза I, а затем 2 см^3 реактива Карреза II, объем доводят водой до метки и смесь фильтруют.

2.3.2. Отбирают пипеткой в коническую колбу 20 см^3 полученного фильтрата, добавляют 5 см^3 раствора азотной кислоты и 5 см^3 раствора железоаммонийных квасцов. Добавляют бюреткой 20 см^3 раствора азотнокислого серебра и 3 см^3 нитробензола, соблюдая меры предосторожности, тщательно взбалтывают содержимое колбы для коагуляции осадка.

Обратное титрование избытка азотнокислого серебра осуществляют раствором роданистого калия до появления устойчивой красной окраски.

2.3.3. При определении содержания хлоридов в продуктах, содержащих антоциановые пигменты, в коническую колбу отбирают пипеткой 20 см^3 фильтрата, полученного по п. 2.3.1, добавляют 20 см^3 раствора азотной кислоты и бюреткой 20 см^3 раствора азотнокислого серебра. Нагревают смесь до кипения и кипятят на слабом огне от 2 до 3 мин. Не прекращая кипячения, добавляют от 5 до 10 см^3 раствора марганцовокислого калия порциями по 0,5—1 см^3. Жидкость при этом должна постепенно обесцвечиваться. Если этого не происходит, добавляют несколько кристаллов азотистокислого натрия или азотистокислого калия до обесцвечивания жидкости. После обесцвечивания жидкость кипятят еще 5 мин. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, добавляют 5 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и титруют роданистым калием по п. 2.3.2.

2.4. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов (X) в пересчете на хлористый натрий, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) \cdot M}{m} \cdot \frac{V_3}{V_4} \cdot 0{,}1,$$

где V_1 — объем добавленного раствора азотнокислого серебра, см^3;

V_2 — объем раствора роданистого калия, израсходованный на титрование, см^3;

c_1 — молярная концентрация титрованного раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3;

c_2 — молярная концентрация титрованного раствора роданистого калия, моль/дм^3;

M — молярная масса хлористого натрия, M (NaCl) = 58,45 г/моль;

m — масса навески пробы, г;

V_3 — объем, до которого доведена вытяжка, см^3;

V_4 — объем фильтрата, взятый для титрования, см^3.

2.5. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, если абсолютное расхождение между ними не превышает для мясных и мясорастительных консервов 0,2 % (P = 0,95). При расхождении, превышающем указанное значение, испытание необходимо повторить.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ПО МОРУ

3.1. *Сущность метода*

Метод основан на титровании водной вытяжки исследуемого продукта после нейтрализации титрованным раствором азотнокислого серебра в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора.

3.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

При проведении испытания применяют аппаратуру, материалы и реактивы по п. 2.2 со следующими дополнениями:

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;

бумагу лакмусовую;

калий углекислый кислый по ГОСТ 4143;

калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3;

кислоту серную по ГОСТ 4204, ρ_{20} = 1,83 г/см^3, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3;

фенолфталеин, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3 в этиловом спирте с объемной долей 95 %;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. *Проведение испытания*

3.3.1. Из подготовленной пробы продукта в химический стакан берут навеску массой от 10 до 25 г и количественно переносят ее 100 см^3 горячей воды в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Смесь, периодически взбалтывая, нагревают в течение 15 мин на водяной бане. После охлаждения до комнатной температуры объем содержимого колбы доводят водой до метки и фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Допустимо также использование водной вытяжки, полученной при определении титруемой кислотности исследуемых продуктов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.2. 20 см^3 полученного фильтрата отбирают пипеткой в коническую колбу и в зависимости от pH среды нейтрализуют либо раствором гидроокиси натрия, либо раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина.

Отмечают объемы реактивов, необходимые для нейтрализации фильтрата.

В другую коническую колбу также вносят пипеткой 20 см^3 полученного фильтрата и, не добавляя фенолфталеина, вносят пипеткой необходимые объемы растворов гидроокиси натрия или серной кислоты и 1 см^3 раствора хромовокислого калия, затем титруют раствором азотнокислого серебра до появления кирпично-красной окраски. Нейтрализацию фильтрата можно проводить и следующим образом: в приготовленный и отмеренный в коническую колбу раствор опускают небольшой кусочек лакмусовой бумаги, затем добавляют на кончике шпателя несколько кристаллов кислого углекислого калия до появления синего окрашивания лакмусовой бумаги. Избыток кислого углекислого калия не влияет на результаты анализа. После прекращения выделения пузырьков в

растворе в вытяжку добавляют 1 см^3 раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра до появления кирпично-красной окраски.

3.3.3. Пробу продуктов, у которых интенсивная окраска водной вытяжки затрудняет титрование, рекомендуется предварительно обугливать. Для этого берут в тигель навеску продукта массой 25 г, подсушивают ее, выдерживая на водяной бане, а затем осторожно обугливают. Обугливание заканчивают в тот момент, когда содержимое тигля легко распадается от надавливания стеклянной палочкой. Затем содержимое тигля количественно переносят в стакан, смывая тигель несколько раз водой в количестве около 100 см^3. Содержимое стакана осторожно нагревают до кипения, кипятят на слабом огне в течение 1—3 мин, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 см^3 водой, выдерживают до охлаждения при комнатной температуре, доводят объем до метки и фильтруют через складчатый фильтр. Далее испытание проводят по п. 3.3.2.

3.4. *Обработка результатов*

3.4.1. Массовую долю хлоридов (X_1) в пересчете на хлористый натрий, в процентах, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot M \cdot c}{m} \cdot \frac{V_1}{V_2} \cdot 0{,}1,$$

где V — объем титрованного раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см^3;

c — молярная концентрация титрованного раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3;

M — молярная масса хлористого натрия M (NaCl) = 58,45 г/моль;

m — масса навески продукта, г;

V_1 — объем, до которого доведена водная вытяжка навески продукта, см^3;

V_2 — объем фильтрата, взятый для определения, см^3.

3.5. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, если абсолютное расхождение между ними не превышает 0,1 % (P = = 0,95). При расхождении, превышающем указанное значение, испытание необходимо повторить.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. МЕРКУРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. *Сущность метода*

Метод основан на титровании хлоридов в водной вытяжке продукта стандартным титрованным раствором азотнокислой 2-водной ртути (I) в присутствии индикаторов бромфенолового синего или дифенилкарбазона.

4.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

При проведении испытания применяют аппаратуру, материалы и реактивы по п. 2.2 со следующими дополнениями:

капельницу по ГОСТ 25336;

свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3;

ртуть (I) азотнокислую 2-водную по ГОСТ 4521, раствор c ($^1/_2Hg_2(NO_3)_2$) = 0,1 моль/дм^3;

бромфеноловый синий, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3;

дифенилкарбазон, спиртовой раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3;

перекись водорода по ГОСТ 10929.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. *Подготовка к испытанию*

4.3.1. Приготовление раствора азотнокислой 2-водной ртути (I)

Раствор c ($^1/_2Hg_2(NO_3)_2$)= 0,1 моль/дм^3 готовят и устанавливают точную концентрацию по ГОСТ 25794.3.

Азотнокислую 2-водную ртуть (I) можно приготовить из металлической ртути, для чего ее заливают азотной кислотой с массовой долей 25 % и оставляют на несколько дней в холодном месте, накрыв сосуд часовым стеклом. Выделившиеся на поверхности ртути белые кристаллы азотнокислой 2-водной ртути (I) собирают и высушивают при комнатной температуре между листами фильтровальной бумаги. Для получения 1 дм^3 азотной кислоты с массовой долей 25 % берут 695 см^3 дистиллированной воды и постепенно прибавляют к ней 305 см^3 азотной кислоты, плотностью 1,41 г/см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. Приготовление раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,1 %.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 100 мг индикатора, добавляют 1,5 см^3 раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

4.3.3. Приготовление раствора дифенилкарбазона

1 г дифенилкарбазона растворяют в 100 см^3 этилового спирта с объемной долей 95 %. Раствор хранят в склянке из темного стекла. При отсутствии дифенилкарбазона его готовят из дифенилкарбазида $C_{13}H_{14}N_{40}$ следующим образом: 1 г дифенилкарбазида растворяют в 10 см^3 уксусной кислоты с массовой долей не менее 80 %, прибавляют 1 см^3 перекиси водорода, перемешивают и выдерживают. Когда раствор приобретет темно-вишневую окраску (через 5—10 мин), его переливают в 100 см^3 воды, при этом выпадает оранжево-красный осадок дифенилкарбазона. Осадок отфильтровывают через стеклянный фильтр, а затем растворяют в 100 см^3 этилового спирта, пропуская его через осадок на фильтре.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. *Проведение испытания*

4.4.1. Фильтрат водной вытяжки продукта готовят по п. 3.3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4.2. Пипеткой отбирают 10 см^3 фильтрата в коническую колбу, добавляют 1 см^3 раствора азотнокислого свинца и после перемешивания добавляют 6—8 капель раствора бромфенолового синего и титруют титрованным раствором азотнокислой 2-водной ртути (I). При титровании зеленовато-синяя или мутно-зеленоватая окраска испытуемого раствора переходит через светло-серую (от каломели) в сиреневую, что указывает на окончание реакции.

4.4.3. Более отчетлив переход окраски при титровании в присутствии дифенилкарбазона. Определение проводят следующим образом: 10 см^3 фильтрата отбирают пипеткой в коническую колбу, добавляют 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты ρ_{20} = 1,41 г/см^3, 6 капель раствора дифенилкарбазона и титруют при взбалтывании титрованным раствором азотнокислой 2-водной ртути (I) до резкого перехода окраски в голубую или сине-фиолетовую. Проводят два титрования. При первом титровании устанавливают приблизительный объем азотнокислой 2-водной ртути (I). При втором титровании устанавливают точный объем азотнокислой 2-водной ртути (I), прибавляя индикатор перед концом титрования.

4.5. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов (X_2) в пересчете на хлористый натрий, в процентах, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot M \cdot c}{m} \cdot \frac{V_1}{V_2} \cdot 0{,}1,$$

где V — объем титрованного раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), израсходованный на титрование, см^3;

c — молярная концентрация титрованного раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), моль/дм^3;

M — молярная масса хлористого натрия, M (NaCl) = 58,45 г/моль;

m — масса навески пробы, г;

V_1 — объем водной вытяжки из навески продукта, см^3;

V_2 — объем фильтрата, взятый для определения, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, если абсолютное расхождение между ними не превышает 0,1 % (P = = 0,95). При расхождении, превышающем указанное значение, испытание необходимо повторить.

4.4.3; 4.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ВНИПКИ «Консервпромкомплекс»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 07.05.84 № 1586**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 8756.20—70 в части консервированных продуктов из плодов и овощей, консервов мясных и мясорастительных, ГОСТ 12230—66**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 8756.0—70	1.1
ГОСТ 1277—75	2.2	ГОСТ 9147—80	3.2
ГОСТ 1770—74	2.2	ГОСТ 10929—76	4.2
ГОСТ 4139—75	2.2	ГОСТ 14919—83	2.2
ГОСТ 4143—78	3.2	ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 4144—79	2.2	ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 4197—74	2.2	ГОСТ 24104—88	2.2
ГОСТ 4204—77	3.2	ГОСТ 25336—82	2.2; 4.2
ГОСТ 4207—75	2.2	ГОСТ 25794.3—83	4.3.1
ГОСТ 4236—77	4.2	ГОСТ 26313—84	1.1
ГОСТ 4328—77	3.2	ГОСТ 26671—85	1.2
ГОСТ 4459—75	3.2	ГОСТ 27853—88	1.1
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 28741—90	1.1; 1.2
ГОСТ 4521—78	4.2	ГОСТ 29227—91	2.2
ГОСТ 5823—78	2.2	ГОСТ 29251—91	2.2
ГОСТ 6709—72	2.2		

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 20.12.91 № 2025**

6. **ИЗДАНИЕ (март 2010 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1986 г., декабре 1991 г. (ИУС 2—87, 4—92)**

gost.e-ecolog.ru