МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 1841-2— 2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Потенциометрический метод определения массовой доли хлоридов

(ISO 1841-2:1996, Meat and meat products — Determination of chloride content — Part 2: Potentiometric method, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом птицеперерабатывающей промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПП Россельхозакадемии) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 116)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 7 июня 2013 г. № 43)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июля 2013 г. № 454-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 1841-2—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1841-2:1996 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлоридов. Часть 2. Потенциометрический метод» («Meat and meat products — Determination of chloride content — Part 2: Potentiometric method», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1996 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации 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

Введение

Международная организация по стандартизации (ИСО) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов — членов ИСО). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ИСО, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ИСО работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (МЭК).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ИСО/МЭК, часть 3.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего стандарта могут быть объектом патентных прав. ИСО не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 1841-2 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34 «Сельскохозяйственные пищевые продукты», Подкомитетом SC 6 «Мясо и мясные продукты».

Международный стандарт ISO 1841 состоит из двух частей под общим названием «Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлоридов»:

часть 1: Метод Фольгарда;

часть 2: Потенциометрический метод.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Потенциометрический метод определения массовой доли хлоридов

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

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли хлоридов в мясе и мясных продуктах, включая мясо птицы и продукты из него, с массовой долей хлорида натрия, равной или превышающей 0,25 %.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **массовая доля хлоридов в мясе и мясных продуктах:** Общее содержание хлоридов, определенное методом, изложенным в настоящем стандарте и выраженное в виде массовой доли хлорида натрия в процентах.

3 Сущность метода

Пробу диспергируют в воде. Аликвоту полученной суспензии подкисляют и потенциометрически титруют раствором азотнокислого серебра с использованием серебряного электрода.

4 Реактивы

Используют реактивы только известной аналитической марки, если нет других указаний.

4.1 Вода дистиллированная и не содержащая ионов галогенов.

Проба на отсутствие ионов галогенов: к 100 $см^3$ воды добавляют 1 $см^3$ азотнокислого серебра [$c(AgNO_3) \approx 0,1$ моль/$дм^3$] и 5 $см^3$ азотной кислоты [$c\ (HNO_3) \approx 4$ моль/$дм^3$]. Допускается образование только легкого помутнения.

4.2 Азотная кислота, разбавленный раствор в объемном соотношении 1 : 49.

Разбавляют 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты ($\rho_{20} = 1,40$ г/$см^3$) водой и доводят объем до 1000 $см^3$ водой.

4.3 Серебро азотнокислое, стандартный раствор, $c\ (AgNO_3) = 0,0856$ моль/$дм^3$

В воде растворяют 14,541 г азотнокислого серебра, предварительно высушенного в течение 2 ч при температуре (150 ± 2) °С и охлажденного в эксикаторе. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 $см^3$ и доводят водой до отметки.

Полученный раствор хранят в темной стеклянной посуде в защищенном от прямого солнечного света месте.

4.4 Натрия хлорид, стандартный раствор $c\ (NaCl) = 0,0856$ моль/$дм^3$

В воде растворяют 5,000 г хлорида натрия, предварительно высушенного в течение 2 ч при температуре (110 ± 2) °С и охлажденного в эксикаторе. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 $см^3$ и доводят водой до отметки.

Издание официальное

5 Оборудование

Используется обычное лабораторное оборудование, в частности, следующее:

5.1 Устройство для гомогенизации механическое или электрическое, способное гомогенизировать пробу. Это может быть высокоскоростной ротационный куттер или мясорубка с решеткой, диаметр отверстий которой не превышает 4,5 мм.

5.2 Лабораторный смеситель (блендер), оборудованный переключателем для перемешивания при низкой и высокой скорости вращения.

5.3 Электроды, комбинированный серебряный электрод биллетного (твердотельного) типа, или отдельные серебряный индикаторный электрод и стеклянный электрод сравнения.

Перед первым использованием и, при необходимости, ежедневно перед использованием рабочую поверхность серебряного комбинированного электрода чистят чистящим порошком или другим подходящим средством, затем тщательно ополаскивают водой (после испытания некоторых видов образцов может потребоваться ополаскивание горячей водой). Очистку других типов электродов проводят в соответствии с рекомендациями изготовителя. При необходимости, для предотвращения смещения измеряемой конечной точки титрования проводят дополнительную очистку. В течение испытаний нескольких образцов периодически ополаскивают электроды водой и вытирают тканью для предотвращения образования пленки. При использовании серебряных электродов биллетного типа нет необходимости покрывать их хлоридом серебра.

5.4 Магнитная мешалка с регулировкой на постоянную скорость вращения.

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

5.6 Пипетка вместимостью 50 $см^3$.

5.7 Весы с погрешностью взвешивания ±0,1 г.

6 Отбор проб

Важно, чтобы в лабораторию поступала действительно представительная проба без повреждений и изменений при транспортировании и хранении.

Отбор проб не является предметом настоящей части международного стандарта ISO 1841. Рекомендуемый отбор проб изложен в международном стандарте ISO 3100-1*.

Масса представительной пробы должна быть не менее 200 г.

7 Подготовка пробы

7.1 Лабораторную пробу гомогенизируют с помощью подходящего оборудования (5.1). Температура пробы при этом не должна превышать 25 °С. При использовании мясорубки пробу пропускают через нее не менее двух раз.

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

8 Порядок определения

Примечание 1 — При необходимости проверки выполнения требования по повторяемости (11.2) проводят два единичных определения в соответствии с 8.1—8.4 с соблюдением условий повторяемости.

8.1 Проба

В емкости смесителя (блендера) вместимостью 1000 $см^3$ взвешивают пробу массой примерно 50 г с точностью не более 0,1 г.

8.2 Диспергирование

8.2.1 К пробе (8.1) добавляют 450 $см^3$ воды (4.1). Емкость закрывают и включают смеситель (блендер) (5.2) на малую скорость вращения для начального диспергирования. Затем проводят тща-

* Действует только для применения настоящего стандарта.

тельное перемешивание при высокой скорости в течение от 1 до 2 мин так, чтобы получить однородную суспензию твердого материала.

8.2.2 Сразу после перемешивания в предварительно взвешенный стакан вместимостью 250 см^3 с помощью пипетки (5.6) вносят 50 см^3 полученной суспензии пробы. Определяют массу испытуемого раствора. Далее продолжают определение по 8.4.

8.3 Кривая титрования

8.3.1 В стакан вместимостью 250 см^3 с помощью пипетки вносят 25 см^3 раствора хлорида натрия (4.4). Разбавляют водой до общего объема примерно 50 см^3 и добавляют 50 см^3 разбавленной азотной кислоты (4.2).

8.3.2 В полученный раствор помещают электроды (5.3) и включают перемешивание раствора. В процессе титрования перемешивание должно проводиться с постоянной скоростью достаточно энергично и без разбрызгивания.

8.3.3 Титрование проводят раствором азотнокислого серебра (4.3), регулируя скорость капания по скорости изменения потенциала (5.5) так, чтобы построить правильный график зависимости изменения потенциала в милливольтах (ось У) от объема раствора азотнокислого серебра в см^3 (ось Х). Всего добавляют 50 см^3 раствора азотнокислого серебра для построения полной кривой титрования.

8.3.4 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 2 — Точка перегиба определяется как точка пересечения кривой титрования и линии, находящейся посередине между двумя проведенными линиями и параллельно им.

8.3.5 Точку перегиба используют как конечную точку при титровании раствора пробы (8.4). Периодически перепроверяют потенциал конечной точки относительно связующего потенциала электрода сравнения. При замене отдельного электрода, комбинированного электрода либо pH-метра конечную точку определяют заново построением новой кривой титрования.

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

8.4 Определение

В суспензию пробы добавляют 50 см^3 разбавленной азотной кислоты (4.2) и титруют, как описано в 8.3 для раствора хлорида натрия. Если концентрация хлорида равна или меньше 1 %, то используют бюретку вместимостью 10 см^3.

При проведении серии испытаний одного и того же мясного продукта для достижения большей точности используют конечную точку, измеренную по кривой титрования (8.3) этого мясного продукта, а не конечную точку, полученную на стандартном растворе хлорида натрия.

8.5 Контрольное определение

Контрольное определение проводят по 8.2.2—8.4, заменив в 8.2.2 суспензию пробы водой.

9 Расчет

Содержание хлоридов в образце вычисляют по формуле

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

где w_{Cl} — содержание хлоридов в образце, выраженное в виде массовой доли хлорида натрия в процентах;

V_1 — объем азотнокислого серебра (4.3), израсходованного на титрование суспензии пробы (8.4), см^3;

V_2 — объем азотнокислого серебра (4.3), израсходованного на контрольное титрование (8.5), см^3;

c — концентрация раствора азотнокислого серебра (4.3), моль/дм^3;

m_1 — масса испытуемой суспензии (8.2.2), г;

m — масса испытуемой пробы, г.

Результат записывают с округлением до 0,1 % (массовая доля).

10 Точность

Показатели точности метода установлены с помощью межлабораторных испытаний (см. [5]), выполненных в соответствии с ISO 5725*. Значения предела повторяемости r и предела воспроизводимости R получены для уровня вероятности 95 %.

10.1 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученных при использовании одного и того же метода, для идентичного испытуемого материала, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости r, вычисляемый по формуле

$$r = 0{,}002 + 0{,}033\ w_{Cl},$$

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

10.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученных при использовании одного и того же метода, для идентичного испытуемого материала, в различных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости R , вычисляемый по формуле

$$R = 0{,}005 + 0{,}066\ w_{Cl},$$

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

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:
- использованный метод отбора образцов, если он известен;
- использованный метод испытания;
- полученный(е) результат(ы) испытания;
- если проводилась проверка повторяемости, окончательный оцененный результат.

Необходимо также указать все подробности проведения испытания, не установленные настоящим стандартом или рассматриваемые как факультативные, а также детальное описание всех случаев, которые могли повлиять на результаты испытания.

В протокол испытаний также должна быть включена вся информация, необходимая для полной идентификации образца.

* Действует только для применения настоящего стандарта.

Библиография

[1] ISO 3100-1:1991 Мясо и мясные продукты. Отбор образцов и подготовка проб. Часть 1. Отбор образцов

[2] ISO 5725:1986 Точность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений с помощью межлабораторных испытаний (отменен 20.12.1994 г., использован для получения данных по точности метода)

[3] Codex Alimentarius Committee FAO/WHO Отчет 9-й Сессии Комитета Кодекс Алиментариус по методам анализа и отбору образцов. Определение общих хлоридов, потенциометрический метод. Приложение II. Организация по пищевым продуктам и сельскому хозяйству ООН, 1975, Рим, Италия

[4] Brammel W.S. Межлабораторное исследование определения хлорида натрия в пищевых продуктах методом потенциометрического титрования. — J. Assoc.Off. Anal. Chem., v. 57, 1974, pp. 1209—1216

[5] Beljaars P.R., Horwitz W. Сравнение меда Фольгарда и потенциометрического метода определения хлоридов в мясных продуктах. — J. Assoc.Off. Anal. Chem., v. 68, 1985, pp. 480—484

УДК 637.5.04/.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, массовая доля хлоридов, потенциометрический метод, определение, сущность метода, реактивы, оборудование, отбор проб, подготовка пробы, порядок определения, расчет, точность, протокол испытаний

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 06.12.2019. Формат 60×84 1/8 Гарнитура Ариал
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ ISO 1841-2—2013 Мясо и мясные продукты. Потенциометрический метод определения массовой доли хлоридов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2020 г.)

gost.e-ecolog.ru