МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 1841-1— 2016

МЯСО И МЯСНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение содержания хлоридов

Часть 1

Метод Волхарда

(ISO 1841-1:1996, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

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 научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 апреля 2016 г. № 87-П)

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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 июня 2024 г. № 799-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 1841-1—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1841-1:1996 «Мясо и мясные продукты. Определение массовой доли хлоридов. Часть 1. Метод Волхарда» («Meat and meat products — Determination of chloride content — Part 1: Volhard method», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 6 «Мясо и мясные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Сельскохозяйственные пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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

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 МЯСНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение содержания хлоридов

Часть 1

Метод Волхарда

Meat and meat products. Determination of chloride content. Part 1. Volhard method

Дата введения — 2025—11—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания хлоридов в мясе, включая мясо птицы и мясную продукцию с содержанием хлорида натрия не менее 1,0 %.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **массовая доля хлоридов в мясе и мясной продукции** (chloride content of meat and meat products): Общее содержание хлоридов, определенное методом, установленным в настоящем стандарте, и выраженное как массовая доля хлорида натрия в процентах.

3 Сущность метода

Экстракция навески горячей водой и осаждение белков. После фильтрования и подкисления добавление к экстракту в избытке раствора азотнокислого серебра и оттитровывание этого избытка раствором роданистого калия.

4 Реактивы

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты, не ниже указанных.

4.1 Вода дистиллированная и не содержащая галогенов.

Проба на отсутствие галогенов: к 100 мл воды добавляют 1 мл азотнокислого серебра [$c(AgNO_3) \approx 0{,}1$ моль/л] и 5 мл азотной кислоты [$c(HNO_3) \approx 4$ моль/л]. Допускается только легкое помутнение.

4.2 Нитробензол или гептиловый спирт

4.3 Азотная кислота [$c(HNO_3) \approx 4$ моль/л].

Смешивают один объем концентрированной азотной кислоты (1,39 г/мл $\leq p_{20} \leq$ 1,42 г/мл) с тремя объемами воды.

4.4 Растворы для осаждения белков

4.4.1 Раствор А

Растворяют в воде 106 г 3-водного железистосинеродистого калия [$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$], количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.2) и доводят объем до метки водой.

Издание официальное

4.4.2 Раствор Б

Растворяют в воде 220 г 2-водного уксуснокислого цинка [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$], добавляют 30 мл ледяной уксусной кислоты, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.2) и доводят объем до метки водой.

4.5 Азотнокислое серебро, стандартный титрованный раствор [$c(AgNO_3)$ = 0,1 моль/л].

16,989 г азотнокислого серебра, предварительно высушенного при температуре (150 ± 2) °С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе, растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.2) и доводят объем до метки водой.

Раствор хранят в сосуде из темного стекла вдали от прямого солнечного света.

4.6 Роданистый калий, стандартный титрованный раствор [c(KSCN) = 0,1 моль/л].

Около 9,7 г роданистого калия растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.2) и доводят объем до метки водой. Стандартизируют раствор с точностью до 0,0001 моль/л по стандартному раствору азотнокислого серебра (4.5), используя в качестве индикатора раствор железоаммонийных квасцов (4.7).

4.7 Железоаммонийные квасцы

При комнатной температуре готовят насыщенный водный раствор 12-водного аммоний-железа (III) сульфата [$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12\ H_2O$].

5 Лабораторное оборудование, средства измерений

Используют стандартное лабораторное оборудование и дополнительно следующее.

5.1 **Оборудование для измельчения,** механическое или электрическое, способное измельчить пробу образца. Это может быть высокоскоростной ротационный куттер (измельчитель-гомогенизатор) или мясорубка с решеткой, диаметр отверстий которой не превышает 4,5 мм.

5.2 **Мерные колбы с одной меткой,** вместимостью 200 и 1000 мл.

5.3 **Конические колбы,** вместимостью 250 мл.

5.4 **Бюретки,** вместимостью 25 или 50 мл.

5.5 **Мерные пипетки с одной меткой,** вместимостью 20 мл.

5.6 **Кипящая водяная баня.**

5.7 **Аналитические весы,** с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,001 г.

6 Отбор проб

Важно, чтобы полученная лабораторией проба была представительной, чтобы она не претерпела повреждений или изменений в процессе транспортирования или хранения.

Рекомендуемый метод отбора проб — по ISO 3100-1.

От объединенной пробы отбирают лабораторную пробу массой не менее 200 г.

7 Подготовка пробы

7.1 Лабораторную пробу измельчают с помощью соответствующего оборудования (5.1). При этом температура пробы не должна подниматься выше 25 °С. При использовании мясорубки пробу необходимо пропустить через нее как минимум дважды.

7.2 Подготовленную пробу помещают в воздухонепроницаемый сосуд. Сосуд закрывают и хранят таким образом, чтобы предотвратить порчу и изменение состава продукции, используя образец по возможности скорее, но не позднее чем через 24 ч после измельчения.

8 Порядок проведения испытаний

Примечание — Для проверки сходимости проводят два единичных определения в одинаковых условиях в соответствии с 8.1—8.4.

8.1 Навеска

Около 10 г испытуемой пробы взвешивают с точностью до 0,001 г и количественно переносят в коническую колбу (5.3).

8.2 Удаление белковых веществ

В колбу с навеской (8.1) добавляют 100 мл горячей воды (4.1). Колбу с содержимым нагревают в течение 15 мин на кипящей водяной бане (5.6). Периодически колбу с содержимым встряхивают.

Оставляют колбу с содержимым при комнатной температуре для охлаждения, затем последовательно добавляют 2 мл раствора А (4.4.1) и 2 мл раствора Б (4.4.2), тщательно взбалтывая после каждого прибавления.

Колбу выдерживают в течение 30 мин при комнатной температуре. Затем содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл (5.2) и доводят объем до метки водой. Тщательно перемешивают содержимое и фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Примечание — Если настоящий метод применяется для определения массовой доли нитратов и нитритов или если в пробе присутствует аскорбиновая кислота, содержание которой более 0,1 %, то к навеске (8.1) необходимо добавить 0,5 г активированного угля. После смешивания с растворами А и Б содержимое колбы доводят до pH 7,5—8,3 раствором гидроксида натрия.

8.3 Проведение испытаний

В коническую колбу (5.3) пипеткой (5.5) переносят 20 мл фильтрата, добавляют мерным цилиндром 5 мл разбавленной азотной кислоты (4.3) и 1 мл железоаммонийных квасцов (4.7) в качестве индикатора.

В ту же коническую колбу пипеткой (5.5) вносят 20 мл раствора азотнокислого серебра (4.5), добавляют мерным цилиндром 3 мл нитробензола или гептилового спирта и тщательно перемешивают. Энергично встряхивают до выпадения осадка. Содержимое колбы титруют раствором роданистого калия (4.6) до появления стойкого розового окрашивания. Измеряют объем раствора роданистого калия, израсходованный на титрование, и записывают результат с точностью до 0,05 мл.

8.4 Контрольное испытание

Контрольное испытание проводят в соответствии с 8.2 и 8.3, используя такой же объем азотнокислого серебра (4.5).

9 Обработка результатов

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

$$W_{Cl} = 0{,}05844(V_2 - V_1) \cdot \frac{200}{20} \cdot \frac{100}{m} \cdot c = 58{,}44 \frac{V_2 - V_1}{m} \cdot c,$$

где V_1 — объем раствора роданистого калия (4.6), израсходованный на испытание (8.3), мл;

V_2 — объем раствора роданистого калия (4.6), израсходованный на контрольное испытание (8.4), мл;

c — концентрация раствора роданистого калия (4.6), моль/л;

m — масса навески, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака и записывают результат с точностью до 0,05 %.

10 Точность

Точность метода была установлена в ходе межлабораторных испытаний (см. [4]), выполненных в соответствии с ISO 5725. Значения, полученные для предела повторяемости r и предела воспроизводимости R, соответствуют уровню вероятности 95 %.

10.1 Сходимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученных в результате использования одного и того же метода на идентичной исследуемой пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же лаборантом, используя одно и то же оборудование, в течение короткого промежутка времени, не должно превышать:

- 0,15 % для проб с массовой долей хлорида натрия от 1,0 % до 2,0 %;
- 0,20 % для проб с массовой долей хлорида натрия более 2,0 %.

10.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученных в результате использования одного метода на идентичной исследуемой пробе в разных лабораториях разными лаборантами на различном оборудовании, не должно превышать:

- 0,20 % для проб с массовой долей хлорида натрия от 1,0 % до 2,0 %;
- 0,30 % для проб с массовой долей хлорида натрия более 2,0 %.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- метод отбора проб, если он известен;
- используемый метод испытания;
- полученные результаты;
- если проверена повторяемость — конечную сумму результатов.

В протоколе испытания следует указать все особенности проведения испытания, не предусмотренные настоящим стандартом или рассматриваемые как необязательные, а также любые факторы, которые повлияли на результаты испытания.

Протокол испытания должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1] ISO 3100-1:1991 Meat and meat product — Sampling and preparation of test samples — Part 1: Sampling

(Мясо и мясные продукты. Отбор проб и подготовка испытательных образцов. Часть 1. Отбор проб)

[2] ISO 5725:1986* Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests

(Точность методов испытания. Определение сходимости и воспроизводимости для стандартных методов испытания при межлабораторных испытаниях)

[3] Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach Par. 35 LMBG. Bestimmung des Kochsalzgehaltes in Fleisch und Fleischerzeugnissen. L 06.00-5, September 1980

(Определение содержания поваренной соли в мясе и мясных продуктах)

[4] Beljaars P. R. and Horwitz W. Comparison of the Volhard and potentiometric methods for the determination of chloride in meat products: Collaborative study. J. Assoc. Off. Anal. Chem., 68, 1985, pp. 480—484

(Сравнение метода Фольгарда и потенциометрического метода для определения хлоридов в мясе и мясных продуктах)

* В настоящее время отменен, был использован для получения точностных данных.

УДК 637.5.074:543.632.5(083.74)(476) МКС 67.120.10 IDT

Ключевые слова: мясо, мясо птицы, мясная продукция, массовая доля хлоридов, хлориды

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 17.06.2024. Подписано в печать 24.06.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru