ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51480— 99

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение массовой доли хлоридов. Метод Фольгарда

(ISO 1841-1:1996, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом мясной промышленности

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 226 «Мясо и мясная продукция»

3 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 636-ст

4 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 1841-1—96 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлоридов. Часть 1. Метод Фольгарда» с дополнительными требованиями (за исключением 2, 5.1, 7, 11) (ISO 1841-1:1996 «Meat and meat products — Determination of chloride content. Part 1: Volhard method», IDT)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 1996 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение массовой доли хлоридов. Метод Фольгарда

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

Дата введения — 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли хлоридов в мясе, включая мясо птицы, и мясных продуктах, с содержанием хлорида натрия не менее 1,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 51447 (ИСО 3100-1) Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля хлоридов в мясе и мясных продуктах:** Массовая доля хлоридов, определенная в соответствии с методикой, изложенной в настоящем стандарте, и выраженная как массовая доля хлорида натрия в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на осаждении белков и оттитровывании избытка раствора нитрата серебра раствором роданида калия в кислой среде в присутствии железоаммонийных квасцов в качестве индикатора.

Издание официальное

5 Реактивы

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

5.1 Вода, используемая для приготовления реактивов, должна быть дистиллированной и не должна содержать галогенов.

Пробу на отсутствие галогенов проводят по ГОСТ 6709 (3.8.2) или следующим образом: к 100 см^3 воды добавляют 1 см^3 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.

5.2 Нитробензол или гептиловый спирт

5.3 Кислота азотная, раствор молярной концентрации c (HNO_3) ~ 4 моль/дм^3

Смешивают один объем концентрированной азотной кислоты (1,39 г/см^3 ≤ ρ ≤ 1,42 г/см^3) с тремя объемами воды.

5.4 Растворы для осаждения белков

5.4.1 Раствор А

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

5.4.2 Раствор В

220 г 2-водного уксуснокислого цинка [$Zn(CH_3COO)_2 \times 2H_2O$] растворяют в воде и добавляют 30 см^3 ледяной уксусной кислоты. Количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки водой.

5.5 Серебро азотнокислое, стандартный титрованный раствор молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3

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 см^3 и доводят объем до метки водой.

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

5.6 Калий роданистый, стандартный титрованный раствор, молярной концентрации c (KSCN) = 0,1 моль/дм^3

Растворяют в воде около 9,7 г роданистого калия. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки водой. Стандартизируют раствор с точностью до 0,0001 моль/дм^3 по стандартному раствору азотнокислого серебра, используя в качестве индикатора раствор железоаммонийных квасцов.

5.7 Квасцы железоаммонийные

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

6 Аппаратура и средства измерения

Применяют обычное лабораторное оборудование, а также:

гомогенизатор или мясорубку механическую или электрическую с решеткой диаметром отверстий не более 4,0 мм;

колбы мерные с одной меткой, вместимостью 200 и 1000 см^3 и относительной погрешностью ±0,2 %;

колбы конические вместимостью 250 см^3 и относительной погрешностью ±0,2 %;

бюретки вместимостью 25 и 50 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ±0,2 %;

пипетки мерные с одной меткой вместимостью 20 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ±0,2 %;

баню водяную;

весы аналитические с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,001 г.

7 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ Р 51447.

Проба должна быть представительной, а также без повреждений и изменений качества продукта при транспортировании и хранении.

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

Пробу хранят таким образом, чтобы предотвратить порчу и изменение химического состава.

8 Подготовка проб

8.1 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более 25 °С.

8.2 Пробу хранят не более 24 ч в воздухонепроницаемом, герметически закрытом сосуде, не допуская порчи и изменения состава продукта.

9 Методика проведения испытаний

9.1 Около 10 г испытуемой пробы взвешивают с точностью до третьего десятичного знака и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3.

9.2 Удаление белковых веществ

В колбу с навеской добавляют 100 см^3 горячей воды. Колбу с содержимым нагревают в течение 15 мин на кипящей водяной бане, периодически встряхивая, и оставляют при комнатной температуре для охлаждения. Затем добавляют последовательно 2 см^3 раствора А и 2 см^3 раствора В, тщательно взбалтывая после каждого прибавления.

Колбу выдерживают в течение 30 мин при комнатной температуре. Затем содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят объем до метки водой. Тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Примечание — Фильтрат можно использоваать для определения содержания нитратов и нитритов. Если в пробе присутствует аскорбиновая кислота, содержание которой более 0,1 %, то к навеске необходимо добавить 0,5 г активированного древесного угля. После смешивания с растворами А и В содержимое колбы доводят до pH 7,5—8,3 раствором гидроокиси натрия.

9.3 Проведение испытания

В коническую колбу пипеткой переносят 20 см^3 фильтрата, добавляют мерным цилиндром 5 см^3 разбавленной азотной кислоты и в качестве индикатора 1 см^3 железоаммонийных квасцов.

В ту же коническую колбу пипеткой вносят 20 см^3 раствора азотнокислого серебра, добавляют мерным цилиндром 3 см^3 нитробензола или гептилового спирта и тщательно перемешивают. Энергично встряхивают до коагуляции осадка. Содержимое колбы титруют раствором роданистого калия до появления стойкого розового окрашивания. Измеряют объем раствора роданистого калия, израсходованного на титрование, и результат записывают в виде числа, кратного 0,05 см^3.

Проводят два единичных определения в одинаковых условиях.

9.4 Контрольное испытание

Контрольное испытание выполняют в соответствии с 9.2 и 9.3, используя такой же объем раствора азотнокислого серебра.

10 Обработка результатов

Массовую долю хлоридов W_{C1}, %, в расчете на хлорид натрия, вычисляют по формуле

$$W_{C_1} = 0{,}05844\,(V_2 - V_1)\cdot\frac{200}{20}\cdot\frac{100}{m}\cdot c = 58{,}44\cdot\frac{V_2 - V_1}{m}\cdot c, \qquad (1)$$

где V_1 — объем раствора роданистого калия, израсходованный на испытание, см^3;

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

c — концентрация раствора роданистого калия, моль/дм^3;

m — масса навески, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака и записывают в виде числа, кратного 0,05 %.

11 Контроль точности метода

Точность метода установлена межлабораторными испытаниями в соответствии с [1]. Полученные значения сходимости, r, и воспроизводимости, R, соответствуют доверительной вероятности 95 %.

11.1 Сходимость

Расхождение межу результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в одной лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования, выполненными за короткий промежуток времени, не должно превышать в процентах:

0,15 — для проб с содержанием хлорида натрия от 1,0 до 2,0 %;

0,20 — для проб с содержанием хлорида натрия более 2,0 %.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух единичных определений, округленное до первого десятичного знака.

11.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования, не должно превышать в процентах:

0,20 — для проб с содержанием хлорида натрия от 1,0 до 2,0 %;

0,30 — для проб с содержанием хлорида натрия более 2,0 %.

12 Оформление результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на метод, в соответствии с которым производился отбор проб;
- ссылку на используемый метод;
- полученные результаты;
- сходимость.

В протоколе испытаний должны быть отражены все подробности проведения испытания, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными, которые могли повлиять на результат.

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

Приложение А
(справочное)

Библиография

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

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

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, продукты животного происхождения, пищевые продукты, мясо, мясо птицы, мясные продукты, химические анализы, определение содержания, хлориды

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.08.2018. Подписано в печать 01.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru