ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Метод определения содержания хлоридов с помощью потенциометрического титрования

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 «Продукты переработки плодов и овощей»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 594-ст

3 Стандарт гармонизирован с европейским стандартом ЕН 12133:1997 «Соки фруктовые и овощные. Определение содержания хлоридов. Метод потенциометрического титрования»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Метод определения содержания хлоридов с помощью потенциометрического титрования

Fruit and vegetable juices.
Method for determination of chloride content using potentiometric titration

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые, овощные соки и подобные им продукты и устанавливает метод определения массовой концентрации или массовой доли хлоридов с помощью потенциометрического титрования в диапазоне измерения от 0,01 до 10 г/дм^3 (от 10 до $1 \cdot 10^4$ мг/дм^3) или от 10 до $1 \cdot 10^4$ млн$^{-1}$ (от 0,001 до 1,0 %).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 17792—72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда. Общие 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 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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 51431—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности

ИСО 3696—87** Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания.

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

** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе стандарта ИСО.

Издание официальное

3 Обозначения

В настоящем стандарте применяют следующие обозначения:

c — молярная концентрация вещества;

ρ — массовая концентрация;

ω — массовая доля;

d — плотность;

n — объем стандартного раствора нитрата серебра, пошедшего на титрование хлоридов, содержащихся в пробе сока, при использовании способа титрования до потенциала конечной точки титрования;

V — объем стандартного раствора в эквивалентной точке;

V' — объем стандартного раствора, добавленный перед подъемом потенциала;

ΔV_i — постоянный объем порции добавляемого стандартного раствора (например 0,2 см^3);

ΔE — первая разность потенциалов;

$\Delta\Delta E$ — вторая разность потенциалов;

$\Delta\Delta E_1$ — вторая разность потенциалов перед наибольшим подъемом потенциала;

$\Delta\Delta E_2$ — вторая разность потенциалов после наибольшего подъема потенциала.

4 Сущность метода

Метод основан на определении содержания хлоридов с помощью потенциометрического титрования с использованием серебряного/хлорсеребряного электрода.

5 Средства измерения, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 20 г, 1-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г, 3-го класса точности.

pH-метр-милливольтметр или универсальный иономер с ценой деления до 2 мВ.

Хлорсеребряный электрод по ГОСТ 17792 с потенциалобразующей системой Ag/AgCl с насыщенным раствором нитрата калия (в качестве электролита).

Мешалка магнитная с плавным регулированием частоты вращения.

Пипетки по ГОСТ 29227 типа 3, исполнения 1, 1-го класса точности, вместимостью 1 и 5 см^3.

Пипетки по ГОСТ 29169 исполнения 2, 1-го класса точности, вместимостью 50 см^3.

Бюретка по ГОСТ 29251 типа 1, исполнения 1, 2-го класса точности, вместимостью 2 см^3, ценой деления 0,01 см^3.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 исполнения 1 или 3, вместимостью 100 см^3.

Колба мерная по ГОСТ 1770, исполнения 2, 1-го класса точности, вместимостью 1000 см^3.

Стакан низкий по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см^3.

Вода для лабораторного анализа по ИСО 3696 не ниже второй категории качества.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч., с массовой долей бромида не более 0,005 %, раствор $\rho(KCl) = 1{,}8636$ г/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, $\omega(HNO_3) \geq 65$ г/100 г, $d \geq 1{,}4$ г/см^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, стандартный раствор, $c(AgNO_3) = 0{,}025$ моль/дм^3.

Допускается использование других средств измерений, лабораторного оборудования и реактивов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

6.2 Подготовка проб — по ГОСТ 26671.

Концентрированные продукты разбавляют водой до заданного значения относительной плотности в соответствии с нормативным или техническим документом на конкретный вид продукта. Относительную плотность разбавленной пробы продукта определяют по ГОСТ Р 51431 и найденное значение указывают в протоколе испытаний.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Приготовление раствора хлористого калия $\rho(KCl) = 1{,}8636$ г/дм^3

Навеску хлористого калия, высушенного в эксикаторе перед использованием в течение 3—4 сут, массой 1,8636 г растворяют в 1 дм^3 воды. 1 см^3 этого раствора содержит 0,886 мг хлорида (Cl^-).

7.2 Приготовление стандартного раствора азотнокислого серебра $c(AgNO_3) = 0{,}025$ моль/дм^3

Навеску азотнокислого серебра, высушенного предварительно в течение 2 ч при температуре (150±2) °С и охлажденного в эксикаторе, массой 4,2468 г растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят водой объем раствора до отметки. 1 см^3 полученного раствора взаимодействует с 0,886 мг хлорида.

8 Проведение испытаний

Проводят два параллельных определения.

Для анализа отбирают 50 см^3 неразбавленного фруктового сока или 50 см^3 овощного сока, разбавленного так, чтобы на последующее титрование расходовалось от 2 до 15 см^3 титранта. Для анализа продуктов с высокой вязкостью и (или) с высоким содержанием частиц мякоти (например для пульпы) берут соответствующую навеску пробы.

Испытания проводят в соответствии с инструкцией к прибору: титрованием до потенциала конечной точки титрования или до перегиба потенциометрической кривой.

8.1 Титрование до потенциала конечной точки титрования

В стакан вместимостью 150 см^3 пипеткой вносят 5,0 см^3 стандартного раствора хлористого калия. Разбавляют водой приблизительно до 100 см^3 и добавляют 1,0 см^3 азотной кислоты. Погружают электрод в раствор и при медленном вращении магнитной мешалки добавляют из бюретки раствор титранта-нитрата серебра. Добавляют 4 см^3 титранта порциями по 1,00 см^3, считывая на pH-милливольтметре потенциал в милливольтах после каждого приливания титранта. Затем добавляют 2,00 см^3 титранта порциями по 0,2 см^3. После этого дотитровывают, добавляя титрант порциями по 1,00 см^3 в таком количестве, чтобы в целом было израсходовано 10,00 см^3. Считывание потенциала в милливольтах производят через 30 с после каждого добавления титранта. Строят график полученных значений в милливольтах против значений объема (в см^3) добавленного стандартного раствора. Определяют потенциал конечной точки титрования по точке перегиба на кривой.

В стакан вместимостью 150 см^3 пипеткой вносят 5,0 см^3 стандартного раствора хлористого калия. Добавляют цилиндром 95 см^3 воды, а затем 1,0 см^3 азотной кислоты. После погружения электрода титруют раствор до потенциала, полученного при предварительном титровании. Полученная кривая служит для всех определений хлоридов в каждой отдельной партии образцов.

В стакан вместимостью 150 см^3 пипеткой вносят 50,0 см^3 пробы испытуемого продукта. Добавляют 50 см^3 воды, затем 1,0 см^3 азотной кислоты и титруют, как указано выше.

8.2 Титрование до перегиба потенциометрической кривой

Полную кривую титрования получают титрованием испытуемой пробы образца стандартным раствором нитрата серебра. Точку эквивалентности получают графически или расчетом.

В стакан вместимостью 150 см^3, содержащий 50 см^3 воды, вносят 50 см^3 соответствующим образом разведенного образца и 1 см^3 азотной кислоты. Титруют стандартным раствором нитрата серебра порциями по 0,5 см^3 и измеряют потенциал после добавления каждой порции. Предварительное титрование используют для получения приблизительного объема титранта.

Повторяют определение в тех же условиях. Начинают добавление титранта с порций по 0,5 см^3, затем снижают до 0,2 см^3, когда до ожидаемой конечной точки остается от 1,5 до 2 см^3. Продолжают таким же образом титровать после конечной точки и затем увеличивают порции до 0,5 см^3 в симметричной зоне кривой.

9 Обработка и оформление результатов

9.1 **Подсчет результатов при определении путем титрования до потенциала конечной точки титрования**

9.1.1 Массовую концентрацию хлоридов во фруктовых соках ρ_{Cl^-}, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$\rho_{Cl^-} = n \cdot \frac{V_0 Mc}{V_1 V_2} \cdot 10^3, \quad (1)$$

где n — объем стандартного раствора азотнокислого серебра, пошедшего на титрование, см^3;

V_0 — объем продукта после разведения, см^3;

M — молярная масса хлорида $M(Cl^-) = 35{,}45$ г/моль;

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

V_1 — объем пробы продукта, взятый для разведения, см^3;

V_2 — объем пробы продукта (разбавленного или неразбавленного), взятый на титрование, см^3.

Массовую концентрацию хлоридов в овощных соках ρ'_{Cl^-}, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$\rho'_{Cl^-} = n \cdot \frac{V_0 Mc}{V_1 V_2}. \quad (2)$$

9.1.2 Массовую долю хлоридов во фруктовых соках ω_{Cl^-}, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$\omega_{Cl^-} = n \cdot \frac{V_0 Mc}{mV_2} \cdot 10^3, \quad (3)$$

где m — масса навески пробы продукта, взятой для испытания, г.

Массовую долю хлоридов в овощных соках ω'_{Cl^-}, %, вычисляют по формуле

$$\omega'_{Cl^-} = n \cdot \frac{V_0 Mc}{mV_2} \cdot 10^{-1}. \quad (4)$$

Таблица 1 — Пример

Объем титранта [$c(AgNO_3)$ = =0,025 моль/дм^3], дм^3	Потенциал, мВ	1-я разность потенциалов ΔE, мВ	2-я разность потенциалов $\Delta\Delta E$, мВ
0,0	204	4	—
0,2	208	4	—
0,4	212	6	—
0,6	218	6	—
0,8	224	6	—
1,0	230	8	—
1,2	238	12	—
1,4	250	22	—
1,6	272	44	22
1,8	316	34	10
2,0	350	26	—
2,2	376	20	—
2,4	396	—	—

9.2 Подсчет результатов при определении по потенциометрической кривой

9.2.1 Объем стандартного раствора в точке эквивалентности V, см^3 (см. таблицу 1), вычисляют по формуле

$$V = V' + \Delta V_i \cdot \frac{\Delta\Delta E_1}{\Delta\Delta E_1 + \Delta\Delta E_2}. \quad (5)$$

В таблице 1 конечная точка титрования находится в интервале 1,6—1,8 $см^3$, где происходит наибольший подъем потенциала (ΔE = 44 мВ). Объем титранта V, взятый для подсчета конечной точки титрования, вычисляют по формуле

$$V = 1{,}6 + 0{,}2 \cdot \frac{22}{22 + 10} = 1{,}74 \text{ см}^3. \quad (6)$$

9.2.2 Массовую концентрацию хлоридов во фруктовых соках ρ_{Cl^-}, $мг/дм^3$, вычисляют по формуле

$$\rho_{Cl^-} = V \cdot \frac{V_0 Mc}{V_1 V_2} \cdot 10^3. \quad (7)$$

Массовую концентрацию хлоридов в овощных соках ρ_{Cl^-}, $г/дм^3$, вычисляют по формуле

$$\rho'_{Cl^-} = V \cdot \frac{V_0 Mc}{V_1 V_2}. \quad (8)$$

9.2.3 Массовую долю хлоридов во фруктовых соках ω_{Cl^-}, $млн^{-1}$, вычисляют по формуле

$$\omega_{Cl^-} = V \cdot \frac{V_0 Mc}{m V_2} \cdot 10^3, \quad (9)$$

где m — масса навески пробы продукта, взятой для испытания, г.

Массовую долю хлоридов в овощных соках ω'_{Cl^-}, %, вычисляют по формуле

$$\omega'_{Cl^-} = V \cdot \frac{V_0 Mc}{m V_2} \cdot 10^{-1}. \quad (10)$$

9.3 Вычисления проводят до второго десятичного знака. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака и выражают для фруктовых соков в миллиграммах на кубический дециметр или $млн^{-1}$, а для овощных соков — в граммах на кубический дециметр или в процентах.

9.4 Относительное расхождение между результатами двух определений, полученными при анализе одной и той же пробы продукта одним оператором с использованием одного и того же оборудования за возможно минимальный интервал времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости для фруктовых соков 5 %, для овощных соков — 1,5 % (P = 0,95). При соблюдении этого условия за окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

9.5 Относительное расхождение между результатами двух определений, полученными при анализе одной и той же пробы продукта в двух различных лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости для фруктовых соков — 30 %, для овощных соков — 5 % (P = 0,95).

9.6 Пределы относительной погрешности определения массовой концентрации или массовой доли хлоридов при соблюдении условий, регламентируемых настоящим стандартом, не превышают для фруктовых соков ±20 %, для овощных соков ±3,5 % (P = 0,95).

9.7 В протоколе испытаний указывают:

- информацию, необходимую для идентификации исследуемого продукта (вид, происхождение, шифр);
- ссылку на настоящий стандарт;
- дату и способ отбора проб (по возможности);
- дату получения пробы для испытаний;
- дату проведения испытаний;
- результат испытаний с указанием погрешности и единицы измерений;
- соблюдение нормативов контроля сходимости результатов;
- особенности проведения испытаний (разведение концентрированного продукта, относительная плотность разведенной пробы и пр.);
- отклонения условий проведения испытаний от описанных в стандарте, которые могли повлиять на результат.

ОКС 67.160.20 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: фруктовые и овощные соки, определение содержания, хлориды, потенциометрический метод, проведение испытаний

gost.e-ecolog.ru