ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ ISO 1841-1-2016

МЯСО И МЯСНАЯ ПРОДУКЦИЯ

Определение содержания хлоридов

Часть 1

Метод Волхарда

МЯСА І МЯСНАЯ ПРАДУКЦЫЯ

Вызначэнне змяшчэння хларыдаў

Частка 1

Метад Волхарда

(ISO 1841-1:1996, IDT)

Издание официальное

Госстандарт

Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

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

За принятие стандарта 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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

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

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).

Перевод с английского языка (en).

В стандарт внесено следующее редакционное изменение: наименование межгосударственного стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в связи с особенностями системы межгосударственной стандартизации.

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Национальном фонде ТНПА.

В тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 14 октября 2016 г. № 79 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 мая 2017 г.

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 (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

© Госстандарт, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МЯСО И МЯСНАЯ ПРОДУКЦИЯ
Определение содержания хлоридов
Часть 1
Метод Волхарда

МЯСА І МЯСНАЯ ПРАДУКЦЫЯ
Вызначэнне змяшчэння хларыдаў
Частка 1
Метад Волхарда

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

Дата введения — 2017-05-01

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 применяют 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

Экстрагируют навеску горячей водой и осаждают белки. После фильтрования и подкисления к экстракту в избытке добавляют раствор азотнокислого серебра и оттитровывают этот избыток раствором роданистого калия.

4 Реактивы

Используются только реактивы признанной аналитической чистоты не ниже, чем указанные.

4.1 Вода, дистиллированная и не содержащая галогенов.

Проба на отсутствие галогенов: к 100 мл воды добавляют 1 мл азотнокислого серебра [$c(AgNO_3) \approx$ $\approx$ 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 $\leq \rho_{20} \leq$ 1,42 г/мл) с тремя объемами воды.

4.4 Растворы для осаждения белков

4.4.1 Раствор А

106 г 3-водного железистосинеродистого калия [$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$] растворяют в воде, 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

220 г 2-водного уксуснокислого цинка [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] растворяют в воде, 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

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 04.11.2016. Подписано в печать 18.11.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,16 Уч.-изд. л. 0,34 Тираж 2 экз. Заказ 2057

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru