ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 1841-1-2009

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение массовой доли хлоридов

Часть 1

Метод Фольгарда

МЯСА І МЯСНЫЯ ПРАДУКТЫ

Вызначэнне масавай долі хларыдаў

Частка 1

Метад Фольгарда

(ISO 1841-1:1996, IDT)

Издание официальное

БЗ 10-2009

Госстандарт

Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.5.07:543.242.1(083.74)(476) МКС 67.120.10 КП 03 IDT

Ключевые слова: мясо, мясо птицы, мясные продукты, массовая доля хлоридов, хлориды

ОКП РБ 15.1.1; 15.12.1; 15.13.12

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским дочерним унитарным предприятием «Институт мясо-молочной промышленности» республиканского унитарного предприятия «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию» (РУП «Институт мясо-молочной промышленности»)

ВНЕСЕН национальным техническим комитетом по стандартизации «Продовольственное сырье и продукты его переработки»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 16 ноября 2009 г. № 58

3 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 Фольгарда).

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).

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

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2009

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

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения....1
2 Термины и определения....1
3 Сущность метода....1
4 Реактивы....1
5 Лабораторное оборудование, средства измерений....2
6 Отбор проб....2
7 Подготовка пробы....2
8 Порядок проведения испытаний....2
9 Обработка результатов....3
10 Точность....3
11 Протокол испытаний....4
Приложение А (справочное) Библиография....5

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ
Определение массовой доли хлоридов
Часть 1
Метод Фольгарда

МЯСА І МЯСНЫЯ ПРАДУКТЫ
Вызначэнне масавай долі хларыдаў
Частка 1
Метад Фольгарда

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

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой доли хлоридов в мясе, включая мясо птицы, и мясных продуктах 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 мясных продуктах (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

Если не указано иное, все реактивы должны быть аналитического качества (не ниже х. ч.).

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 1 000 мл (см. 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 1 000 мл (см. 5.2) и доводят объем до метки водой.

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

16,9890 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 1 000 мл (см. 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 1 000 мл (см. 5.2) и доводят объем до метки водой. Стандартизируют раствор с точностью до 0,0001 моль/л по стандартному раствору азотнокислого серебра (см. 4.5), используя в качестве индикатора раствор железоаммонийных квасцов (см. 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 обычное лабораторное оборудование и средства измерений.

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 1 000 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 ±0,0001 г.

6 Отбор проб

Проба должна быть представительной, а также не должна иметь повреждений и изменений после транспортирования и 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 Пробу измельчают с помощью соответствующего оборудования (см. 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 продукта, 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 Взятие навески

Около 10 г испытуемой пробы взвешивают с точностью до третьего десятичного знака и количественно переносят в коническую колбу (см. 5.3).

8.2 Удаление белковых веществ

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

Оставляют колбу с содержимым при комнатной температуре для охлаждения, затем последовательно добавляют 2 мл раствора А (см. 4.4.1) и 2 мл раствора Б (см. 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 (см. 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 (см. 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 гидроокиси натрия.

8.3 Проведение испытаний

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

В ту же коническую колбу пипеткой (см. 5.5) вносят 20 мл раствора азотнокислого серебра (см. 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 (см. 4.6) до появления стойкой розовой окраски. 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 (см. 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 (см. 4.6), израсходованный на испытание (см. 8.3), мл;

V_2 – объем раствора роданистого калия (см. 4.6), израсходованный на контрольное испытание, мл;

c – концентрация раствора роданистого калия (см. 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 сходимости r и предела воспроизводимости R, соответствуют уровню вероятности 95 %.

10.1 Сходимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученными при применении одного и того же метода на идентичном испытуемом образце в одной лаборатории одним и тем же лаборантом с использованием одного и того же оборудования, выполненных за короткий промежуток 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 натрия более 2,0 %.

10.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных определений, полученными при применении одного и того же метода на идентичном испытуемом образце в разных лабораториях разными лаборантами с использованием различного оборудования, 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 испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

– метод отбора проб, если он известен;

– применяемый метод испытаний;

– полученные результаты;

– если проверена сходимость – конечную сумму результатов.

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

Протокол испытаний 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.

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 19.11.2009. Подписано в печать 08.12.2009. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,04 Уч.- изд. л. 0,32 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0549409 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru