ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51436— 99

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Титриметрический метод определения общей щелочности золы

(EN 12144:1996, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

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

3 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 591-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского стандарта ЕН 12144:1996 «Соки фруктовые и овощные. Определение общей щелочности золы. Титриметрический метод», (EN 12144:1996 «Fruit and vegetable juices — Determination of total alkalinity of ash — Titrimetric method», NEQ)

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

© 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

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Титриметрический метод определения общей щелочности золы

Fruit and vegetable juices. Titrimetric method for determination of total alkalinity of ash

Дата введения — 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки и подобные им продукты и устанавливает титриметрический метод определения общей щелочности золы.

Диапазон определения общей щелочности золы 1 дм^3 (или 1 кг) — от 5 до 80 ммоль NaOH/дм^3 (или ммоль NaOH/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26313 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 33946—2016 Продукция соковая. Гравиметрический метод определения массовой доли золы

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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.

Издание официальное

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **общая щелочность золы 1 дм^3 (или 1 кг) продукта:** Щелочность золы, определенная в соответствии с методом, приведенным в настоящем стандарте, и выраженная в количестве гидроксида натрия (в миллимолях) по отношению к количеству продукта (в кубических дециметрах или килограммах).

4 Сущность метода

Метод основан на титровании раствором гидроксида натрия в присутствии смешанного индикатора (метилового красного/метиленового голубого) избыточного количества серной кислоты, в которой растворена зола, полученная по ГОСТ 33946.

5 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228 с наибольшим предметом взвешивания до 200 г, 2-го класса точности.

Бюретка по ГОСТ 29251, 1-го класса точности, вместимостью 10 см^3, с ценой наименьшего деления 0,02 см^3.

Пипетка по ГОСТ 29227, типа 2, 1-го класса точности, вместимостью 10, 20 и 25 см^3.

Колба коническая по ГОСТ 25336, исполнения 2, вместимостью 100 см^3.

Платиновая чашка диаметром 80 мм.

Стекло часовое диаметром 100 мм.

Баня водяная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., стандартный титрованный раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., стандартный титрованный раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

Метиловый красный индикатор.

Метиленовый голубой индикатор.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501, категории 3.

Допускается использование других средств измерений, реактивов и материалов, 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 к испытаниям — по ГОСТ 26671 и разделу 6 ГОСТ 33946.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Приготовление индикаторного раствора

100 мг метилового красного и 50 мг метиленового голубого растворяют в 100 см^3 смеси этилового спирта и воды (1:1 по объему).

8 Проведение испытаний

8.1 Минерализация пробы

При испытаниях каждого образца проводят два параллельных определения.

Пробу объемом 25 см^3 (или массой 25 г) минерализуют по ГОСТ 33946.

8.2 Титриметрический анализ

Золу, полученную по 8.1, смачивают небольшим количеством воды, после чего к ней добавляют отмеренное избыточное количество раствора серной кислоты. Платиновую чашку закрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 15 мин на кипящей водяной бане, не выпаривая жидкость досуха. Содержимое чашки переносят в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, чашку и часовое стекло при этом аккуратно ополаскивают небольшим количеством воды. После охлаждения к содержимому колбы добавляют несколько капель индикаторного раствора. Содержимое колбы титруют стандартным раствором гидроксида натрия, предварительно титрованным в присутствии того же индикатора. Точке эквивалентности соответствует момент перехода окраски индикатора от красно-фиолетовой к бесцветной.

9 Обработка и оформление результатов

Общую щелочность золы 1 $дм^3$ продукта x_1, ммоль NaOH/$дм^3$, вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{c_1V_1 - c_2V_2}{V_3} \cdot 10^3, \quad (1)$$

где c_1 — концентрация серной кислоты в стандартном растворе, моль/$дм^3$;

c_2 — концентрация гидроксида натрия в стандартном титрованном растворе, моль/$дм^3$;

V_1 — объем раствора серной кислоты, добавленный к золе, $см^3$;

V_2 — объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, $см^3$;

V_3 — объем пробы, взятый для озоления, $см^3$.

Общую щелочность золы 1 кг продукта x_2 NaOH/кг, вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{c_1V_1 - c_2V_2}{m} \cdot 10^3, \quad (2)$$

где m — масса навески пробы, взятой для озоления, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы, с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, в течение возможно минимального интервала времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости 4,5 % (P = 0,95). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости 8 % (P = 0,95).

Пределы относительной погрешности определения щелочности золы при соблюдении условий, регламентируемых настоящим стандартом, не превышают ±5,5 % (P = 0,95).

В протоколе испытаний указывают:

- информацию, необходимую для идентификации исследуемого продукта (вид продукта, 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 норматива контроля сходимости результатов;
- особенности проведения испытаний (разведение концентрированного сока, относительную плотность разведенной пробы и пр.);
- отклонения условий проведения испытаний от описанных в методике, которые могли повлиять на результат.

УДК 664.851:006.354 ОКС 67.160.20 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: фруктовые и овощные соки, зола, общая щелочность, титриметрический метод определения

Редактор *Е.В. Лукьянова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 15.08.2018. Подписано в печать 21.08.2018. 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.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru