МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.841/.851.001.4:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Метод определения бензойной кислоты

ГОСТ 28467—90

Products of fruits and vegetables proccessing.
Method for determination of benzoic acid content

МКС 67.080.01
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки плодов и овощей и устанавливает фотометрический метод определения содержания бензойной кислоты.

Метод основан на отгонке бензойной кислоты из продукта водяным паром, взаимодействии ее с гидрохлоридом гидроксиламина и пероксидом водорода в присутствии ионов Cu^{2+} с образованием окрашенного *о*-нитрозофенольного производного, интенсивность окраски которого измеряют фотометрически.

Предел обнаружения бензойной кислоты — $5 \cdot 10^{-3}$ %.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка их к испытанию — по ГОСТ 26671.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр с диапазоном измерения, позволяющим проводить исследования при длине волны 295 нм, с допускаемой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1 % с кварцевыми кюветами рабочей длиной 10 мм или колориметр фотоэлектрический лабораторный по НТД с пределами измерений оптической плотности от 0 до 2 и пределом допускаемой основной абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания не более ±1 %, со светофильтром с длиной волны, соответствующей максимуму пропускания (315±5) нм, и кварцевыми кюветами рабочей длиной 10 мм.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания до 200 г и пределами допускаемой погрешности не более ±0,7500 мг.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределами допускаемой погрешности не более ±38 мг.

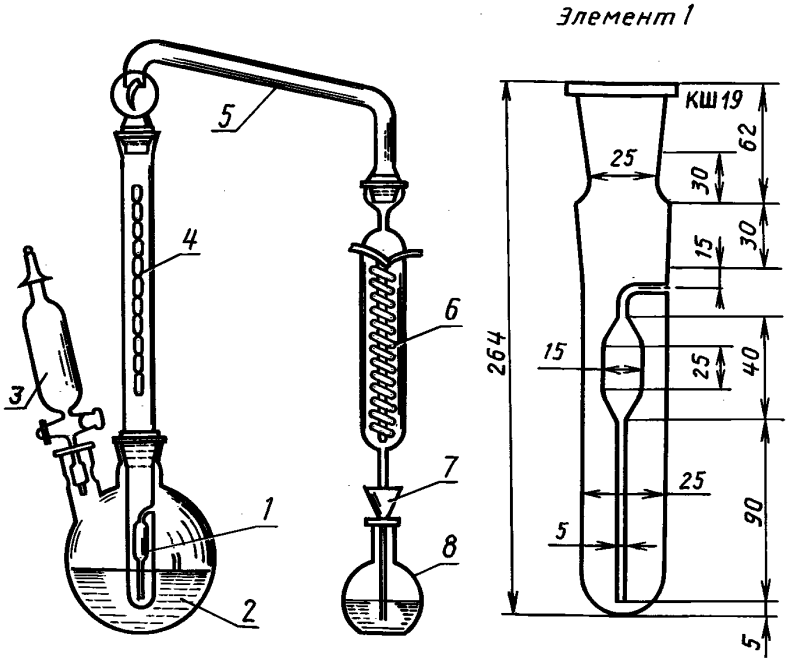
Установка для перегонки (см. чертеж), состоящая из:

- сосуда для перегонки;
- колбы круглодонной по ГОСТ 25336 типа КГУ-2 с взаимозаменяемым конусом и конусом центральной горловины $^{29}/_{32}$ вместимостью 1000 $см^3$;
- воронки по ГОСТ 25336 типа ВД-2 с взаимозаменяемым конусом $^{14}/_{23}$ вместимостью 50 $см^3$;
- дефлегматора по ГОСТ 25336 с взаимозаменяемыми конусами муфты $^{19}/_{26}$ и керна $^{19}/_{26}$ высотой наколов 300 мм;
- каплеуловителя по ГОСТ 25336 типа КО-19/26—100;
- холодильника по ГОСТ 25336 типа ХШ, ХСН или ХСВ с длиной кожуха 300 мм;

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001. С 1 января 2010 г. на территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1990
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010



1 — сосуд для перегонки; *2* — двугорлая колба; *3* — делительная воронка с краном; *4* — дефлегматор; *5* — каплеуловитель; *6* — холодильник; *7* — стеклянная воронка; *8* — мерная колба

- воронки стеклянной по ГОСТ 25336 с удлиненным концом и вложенным слоем ваты;
- колбы приемной — колбы мерной по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 с взаимозаменяемым конусом вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетка с делениями по НТД исполнения 6 или 7 вместимостью 10 см^3.

Пипетки по НТД исполнения 4 или 5 вместимостью 1 и 2 см^3.

Кусочки фарфора или стеклянные шарики.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830*, раствор массовой концентрации 250 г/дм^3.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521, ч. д. а. или натрия бензоат, ч.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч. раствор с массовой долей 5 %, свежеприготовленный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. раствор с массовой долей 20 % и раствор *c* (CH_3COOH) = =0,1 моль/дм^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а., раствор с массовой концентрацией 5 г в 1 дм^3 раствора уксусной кислоты с массовой долей 20 %.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., раствор массовой концентрации 56 и 5,6 г/дм^3.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а., раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор массовой концентрации 49 г/дм^3.

Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, ч. д. а.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка установки

3.1.1. Установку для перегонки собирают в соответствии с чертежом.

3.1.2. При сборке установки смазка шлифов не допускается.

3.1.3. Режим нагревания регулируют так, чтобы установка обеспечивала получение 100 см^3 отгона за 12—15 мин.

3.1.4. Проверяют герметичность установки следующим образом: в сосуд для перегонки вносят пипеткой 10 см^3 раствора уксусной кислоты *c* (CH_3COOH) = 0,1 моль/дм^3, добавляют 10 см^3 воды.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2000.

Двугорлую колбу наполняют на $^3/_4$ объема раствором хлористого натрия и далее осуществляют отгонку, как указано в п. 4.1. После получения 100 см^3 отгона определяют, путем титрования раствором гидроокиси натрия, содержание в нем уксусной кислоты, которое должно быть не меньше 99 % внесенного количества.

3.1.5. Допускается применение других установок, отвечающих требованиям пп. 3.1.2—3.1.4.

3.2. Приготовление основного раствора, соответствующего концентрации бензойной кислоты 100 мг/дм^3

0,100 г бензойной кислоты растворяют в растворе гидроокиси калия массовой концентрации 5,6 г/дм^3, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки тем же раствором щелочи или

0,118 г бензоата натрия растворяют в воде, количественно переносят водой в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки.

3.3. Построение градуировочного графика

3.3.1. Готовят шесть рабочих растворов. Для этого в семь конических колб вносят пипеткой 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 основного раствора бензойной кислоты или бензоата натрия и 2,0 см^3 раствора гидроокиси калия массовой концентрации 56 г/дм^3, доводят объем раствора в каждой колбе до 20 см^3, добавляя пипеткой соответственно 18,0; 17,0; 16,0; 14,0; 12,0; 10,0 и 8,0 см^3 воды. Полученные растворы содержат 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг бензойной кислоты.

3.3.2. Готовят раствор сравнения. Для этого в используемый рабочий раствор вносят пипеткой по 2,0 см^3 раствора сернокислой меди, раствора гидрохлорида гидроксиламина и раствора пероксида водорода, перемешивают и переносят в кювету измерительного прибора. Фотометрирование осуществляют через (15±3) мин от момента внесения реактивов, на длине волны 295 нм — при использовании спектрофотометра или при светофильтре с λ_{max} = (315±5) нм — при использовании фотоэлектроколориметра. Контрольным раствором служит раствор сравнения, не содержащий бензойной кислоты.

3.3.3. По полученным данным строят градуировочный график в системе координат: оптическая плотность — масса бензойной кислоты в растворе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. В сосуд для перегонки помещают навеску продукта массой от 5 до 10 г густого или от 5 до 10 см^3 жидкого продукта, добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты и 10 г сернокислого магния.

В мерную колбу-приемник вливают 10 см^3 раствора гидроокиси калия массовой концентрации 56 г/дм^3.

Отгонную колбу наполняют на $^3/_4$ объема раствором хлористого натрия и начинают нагревать при открытом кране. Через несколько минут после закипания жидкости в отгонной колбе кран закрывают и начинают отгонку, регулируя нагревание колбы так, чтобы объем жидкости в сосуде для перегонки был постоянным и равным примерно 20 см^3.

Перегонку заканчивают после получения 100 см^3 отгона в приемной колбе.

4.2. Контроль применяемых реактивов осуществляют методом отгонки с использованием воды вместо пробы продукта и добавлением всех реактивов, указанных в п. 4.1.

4.3. По 20 см^3 отгона вносят пипеткой в две конические колбы. Затем в отгон добавляют пипеткой по 2,0 см^3 растворов сернокислой меди, гидрохлорида гидроксиламина и пероксида водорода, выдерживают и фотометрируют по п. 3.3.2.

В качестве контрольного используют раствор (см. п. 4.2) с добавлением растворов всех реактивов для получения окрашенного производного. Находят среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

4.4. По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу бензойной кислоты в исследуемом растворе.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю бензойной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 10^{-1},$$

где m_1 — масса бензойной кислоты, найденная по градуировочному графику, мг;

V_1 — объем полученного отгона (V_1 = 100 см^3), см^3;

m — масса навески продукта, г;

V_2 — объем отгона, используемого для фотометрирования (V_2 = 20 см^3), см^3.

5.2. Массовую концентрацию бензойной кислоты (X_1), млг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V_1}{V \cdot V_2} \cdot 10^3,$$

где V — объем пробы продукта, используемого для испытания, см^3.

5.3. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое относительное расхождение между которыми не должно превышать 11 % ($P = 0{,}90$).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Рогачев, д-р техн. наук; **С.Ю. Гельфанд,** канд. техн. наук; **Т.Н. Медведева,** канд. техн. наук; **Э.В. Дьяконова,** канд. техн. наук; **А.И. Погосян,** канд. техн. наук; **В.Ю. Громаков; А.Э. Мельник**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 443

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 61—75	2	ГОСТ 10521—78	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 4165—78	2	ГОСТ 13830—97	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 4523—77	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 5456—79	2	ГОСТ 26313—84	1
ГОСТ 5556—81	2	ГОСТ 26671—85	1
ГОСТ 6709—72	2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2010 г.

gost.e-ecolog.ru