Группа Н39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения поваренной соли

ГОСТ 15113.7—77

Food concentrates.
Methods for determination of salt

МКС 67.050
ОКСТУ 9109

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 августа 1977 г. № 2028 дата введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на пищевые концентраты, в рецептуру которых входит поваренная соль (хлористый натрий), и устанавливает методы ее определения.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовку проб для лабораторных испытаний проводят по ГОСТ 15113.0—77.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании хлористого натрия в нейтральной среде раствором азотнокислого серебра в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора. Метод применяется при разногласиях в оценке качества продукции.

2.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88*.

Баня водяная.

Печь муфельная электрическая.

Щипцы тигельные.

Бюретки вместимостью 25 $см^3$.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10, 25 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 и 250 $см^3$.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 150, 250 $см^3$.

Пипетки вместимостью 10, 20 и 50 $см^3$.

Стаканчики стеклянные вместимостью 0,3—0,5 и 10 $см^3$.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Гидроокись (гидроксид) натрия по ГОСТ 4328—77 или гидроокись (гидроксид) калия по ГОСТ 24363—80.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Серебро азотнокислое, х.ч., по ГОСТ 1277—75, 0,1 моль/$дм^3$ раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67**.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1984 г. (ИУС 8—84).

gost.e-ecolog.ru

Фенолфталеин по НД, 1 %-ный спиртовой раствор.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75, х.ч., 10 %-ный раствор.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. *Приготовление 0,1 моль/дм^3 раствора азотнокислого серебра*

17 г химически чистого азотнокислого серебра, взвешенного с погрешностью не более ± 0,01 г, растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды. Титр приготовленного раствора устанавливают через 7—10 дней по химически чистому дважды перекристаллизованному хлористому натрию. Для этого в стеклянный стаканчик вместимостью 0,3—0,5 см^3 берут навеску хлористого натрия 0,1—0,2 г с погрешностью не более ± 0,0001 г и, опустив стаканчик в коническую колбу, растворяют навеску в 25—30 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хлористого натрия титруют 0,1 моль/дм^3 раствором азотнокислого серебра в присутствии 0,5 см^3 10 %-ного раствора хромовокислого калия при непрерывном перемешивании содержимого колбы до появления не исчезающей при взбалтывании красноватой окраски.

Титр 0,1 моль/дм^3 раствора азотнокислого серебра вычисляют по формуле

$$T_{AgNO_3} = \frac{m \cdot 169{,}9}{58{,}46 \cdot V},$$

где m — масса навески хлористого натрия, г;
169,9 — молярная масса азотнокислого серебра;
58,46 — молярная масса хлористого натрия;
V — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см^3.

Поправку 0,1 моль/дм^3 раствора азотнокислого серебра получают делением установленного титра раствора на титр точно 0,1 моль/дм^3 раствора азотнокислого серебра, т.е. 0,01699 г/см^3.

Титр 0,1 моль/дм^3 раствора азотнокислого серебра устанавливают по двум-трем навескам хлористого натрия. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,001 г/см^3.

Приготовленный раствор хранят в склянке из темного стекла.

2.3.2. *Приготовление водной вытяжки из продуктов, дающих слабоокрашенную водную вытяжку*

Навеску массой от 5 до 25 г (в зависимости от предполагаемого содержания соли) берут из пробы продукта в небольшой стаканчик с погрешностью не более ±0,01 г и количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см^3, смывая частицы продукта дистиллированной водой. Содержимое колбы доливают водой до 3/4 объема, взбалтывают и при испытании продуктов растительного происхождения нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 мин. При анализе продуктов, богатых крахмалом или белками, содержимое колбы выдерживают при 30 °С в течение 30 мин при частом взбалтывании.

Затем содержимое колбы охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой, взбалтывают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую коническую колбу.

2.3.3. *Приготовление водной вытяжки из продуктов, дающих интенсивно окрашенную водную вытяжку*

Навеску массой 5—25 г из пробы продукта берут с погрешностью не более ±0,01 г в фарфоровый тигель и осторожно обугливают до тех пор, пока содержимое тигля не будет легко распадаться от надавливания стеклянной палочкой.

Обугленное вещество охлаждают, количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см^3, смывая тигель несколько раз дистиллированной водой. Колбу доливают до 3/4 объема горячей дистиллированной водой и выдерживают 15 мин в кипящей водяной бане при периодическом взбалтывании. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают, фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую коническую колбу.

2.4. Проведение испытания

20—25 см^3 фильтрата, приготовленного по п. 2.3.2 или 2.3.3, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3, нейтрализуют 0,1 моль/дм^3 раствором щелочи в присутствии фенолфталеина, прибавляют 0,5 см^3 10 %-ного раствора хромовокислого калия и титруют 0,1 моль/дм^3 раствором азотнокислого серебра. Содержимое колбы непрерывно перемешивают и заканчивают титрование при появлении не исчезающей при взбалтывании красноватой окраски жидкости.

2.5. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot K \cdot 0{,}00585 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

где V_1 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки к титру раствора азотнокислого серебра;

0,00585 — титр азотнокислого серебра, выраженный по хлористому натрию, г/см^3;

V_2 — объем вытяжки, приготовленный из навески, см^3;

m — масса навески, г;

V_3 — объем фильтрата, израсходованный на титрование, см^3.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ МЕРКУРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на титровании хлористого натрия азотнокислой 2-водной ртутью (I) в присутствии индикаторов дифенилкарбазона или бромфенолового синего.

3.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88.

Баня водяная.

Бюретки вместимостью 25 см^3.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 и 250 см^3.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 150 и 250 см^3.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10, 25 см^3.

Пипетки вместимостью 10, 20 и 50 см^3.

Пипетки градуированные вместимостью 1 см^3.

Палочки стеклянные.

Ступки фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Бромфеноловый синий, 0,1 %-ный водный раствор.

Дифенилкарбазон, 1 %-ный спиртовой раствор.

Гидроокись (гидроксид) натрия по ГОСТ 4328—77 или гидроокись (гидроксид) калия по ГОСТ 24363—80.

Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,41 г/см^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х.ч.

Ртуть (I) азотнокислая 2-водная по ГОСТ 4521—78, 0,1 моль/дм^3 раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин по НД, 1 %-ный спиртовой раствор.

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. *Приготовление 0,05 моль/дм^3 раствора азотнокислой 2-водной ртути (I)*

30 г азотнокислой 2-водной ртути (I) взвешивают с погрешностью не более ±0,1 г и растворяют в 400 см^3 теплой дистиллированной воды, в которую предварительно приливают 14,1 см^3 концентрированной азотной кислоты. После растворения реактива общий объем раствора доводят дистиллированной водой до 1000 см^3. Титр раствора через сутки после приготовления устанавливают по навеске массой 0,15—0,20 г химически чистого дважды перекристаллизованного хлористого натрия, которую растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды и титруют приготовленным раствором азотнокислой 2-водной ртути (I), добавив 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты и шесть—восемь капель дифенилкарбазона. Титрование заканчивают при резком переходе светло-серой окраски реакционной смеси в голубую или сине-фиолетовую.

Титр 0,05 моль/дм^3 раствора азотнокислой 2-водной ртути (I) вычисляют по формуле

$$T_{Hg_2(NO_3)_2} = \frac{m \cdot 262{,}62}{58{,}46 \cdot V},$$

где m — масса навески хлористого натрия, г;

262,62 — 1/2 молярной массы азотнокислой ртути (I);

58,46 — молярная масса хлористого натрия;

V — объем раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), израсходованный на титрование, см^3.

Поправку 0,05 моль/дм^3 раствора азотнокислой 2-водной ртути (I) получают делением установленного титра раствора на титр точно 0,05 моль/дм^3 раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), т.е. 0,02626.

Титр 0,05 моль/дм^3 раствора азотнокислой 2-водной ртути (I) устанавливают по двум-трем навескам хлористого натрия.

Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,001 г/см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. *Приготовление 1 %-ного раствора дифенилкарбазона*

1 г реактива растворяют в 100 см^3 96 %-ного этилового спирта. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

3.3.3. *Приготовление 0,1 %-ного раствора бромфенолового синего*

100 мг индикатора растирают в фарфоровой ступке с 1,5 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора гидроксида натрия или гидроксида калия, постепенно прибавляют кипяченую дистиллированную воду. В мерной колбе раствор доводят кипяченой дистиллированной водой до 100 см^3.

3.4. Проведение испытания

3.4.1. Из водной вытяжки, приготовленной по п. 2.3.2 или п. 2.3.3, берут пипеткой 10—20 см^3 в коническую колбу вместимостью 100—150 см^3, добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 0,5 см^3 на 10 см^3 вытяжки и после взбалтывания четыре—шесть капель 1 %-ного спиртового раствора дифенилкарбазона. Раствор титруют 0,05 моль/дм^3 раствором азотнокислой 2-водной ртути (I) до резкого перехода светло-серой окраски реакционной смеси в голубую или сине-фиолетовую.

Если в качестве индикатора применяют бромфеноловый синий, то азотную кислоту не добавляют, а к вытяжке приливают шесть—восемь капель 0,1 %-ного водного раствора индикатора и титруют 0,05 моль/дм^3 раствором азотнокислой 2-водной ртути (I).

При титровании окраска испытуемого раствора изменяется от мутно-зеленоватой через светло-серую к сиреневой, которая указывает на окончание реакции.

Титрование проводят в трех параллельных пробах: титрованием первой пробы устанавливают приблизительное количество раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), идущего на титрование, а на основании этого вторую и третью пробы точно оттитровывают раствором азотнокислой 2-водной ртути (I), добавляя индикатор перед концом титрования.

При определении хлористого натрия в концентратах, содержащих молоко, в качестве индикатора применяют только дифенилкарбазон.

3.5. Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_4 \cdot K \cdot 0{,}00585 \cdot V_5 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где V_4 — объем 0,05 моль/дм^3 раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки к титру раствора азотнокислой 2-водной ртути (I);

0,00585 — титр азотнокислой 2-водной ртути (I), выраженный по хлористому натрию, г/см^3;

V_5 — объем вытяжки, приготовленный из навески, см^3;

m — масса навески, г;

V_2 — объем фильтрата, израсходованный для титрования, см^3.

За окончательный результат испытаний принимают среднеарифметическое результатов двух последних параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Вычисления проводят с погрешностью не более 0,01 %.

3.4.1, 3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru