

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения поваренной соли

Food concentrates.
Methods for determination of salt

ГОСТ
15113.7—77

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 см³.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10, 25 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 и 250 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 150, 250 см³.

Пипетки вместимостью 10, 20 и 50 см³.

Стаканчики стеклянные вместимостью 0,3—0,5 и 10 см³.

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/дм³ 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).

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/дм³ раствора азотнокислого серебра

17 г химически чистого азотнокислого серебра, взвешенного с погрешностью не более $\pm 0,01$ г, растворяют в 1000 см³ 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 см³ берут навеску хлористого натрия 0,1—0,2 г с погрешностью не более $\pm 0,0001$ г и, опустив стаканчик в коническую колбу, растворяют навеску в 25—30 см³ дистиллированной воды.

Раствор хлористого натрия титруют 0,1 моль/дм³ раствором азотнокислого серебра в присутствии 0,5 см³ 10 %-ного раствора хромовокислого калия при непрерывном перемешивании содержимого колбы до появления не исчезающей при взбалтывании красноватой окраски.

Титр 0,1 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра вычисляют по формуле

$$T_{\text{AgNO}_3} = \frac{m \cdot 169,9}{58,46 \cdot V},$$

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, см³.

Поправку 0,1 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра получают делением установленного титра раствора на титр точно 0,1 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра, т.е. 0,01699 г/см³.

Титр 0,1 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра устанавливают по двум-трем навескам хлористого натрия. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,001 г/см³.

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 $\pm 0,01$ г и количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см³, 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 $\pm 0,01$ 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 см³, 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 см³ фильтрата, приготовленного по п. 2.3.2 или 2.3.3, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют 0,1 моль/дм³ раствором щелочи в присутствии фенолфталеина, прибавляют 0,5 см³ 10 %-ного раствора хромовокислого калия и титруют 0,1 моль/дм³ раствором азотнокислого серебра. Содержимое колбы непрерывно перемешивают и заканчивают титрование при появлении не исчезающей при взбалтывании красноватой окраски жидкости.

С. 3 ГОСТ 15113.7—77

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/дм³ раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки к титру раствора азотнокислого серебра;

0,00585 — титр азотнокислого серебра, выраженный по хлористому натрию, г/см³;

V_2 — объем вытяжки, приготовленный из навески, см³;

m — масса навески, г;

V_3 — объем фильтрата, израсходованный на титрование, см³.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое 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 см³.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 и 250 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 150 и 250 см³.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10, 25 см³.

Пипетки вместимостью 10, 20 и 50 см³.

Пипетки градуированные вместимостью 1 см³.

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/см³.

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

Ртуть (I) азотнокислая 2-водная по ГОСТ 4521—78, 0,1 моль/дм³ 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/дм³ раствора азотнокислой 2-водной ртути (I)

30 г азотнокислой 2-водной ртути (I) взвешивают с погрешностью не более $\pm 0,1$ г и растворяют в 400 см³ теплой дистиллированной воды, в которую предварительно приливают 14,1 см³ концентрированной азотной кислоты. После растворения реактива общий объем раствора доводят дистиллированной водой до 1000 см³. 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 см³ дистиллированной воды и титруют приготовленным раствором азотнокислой 2-водной ртути (I), добавив 0,5 см³ 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/дм³ раствора азотнокислой 2-водной ртути (I) вычисляют по формуле

$$T_{\text{H}_2(\text{NO}_3)_2} = \frac{m \cdot 262,62}{58,46 \cdot V},$$

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, см³.

Поправку 0,05 моль/дм³ раствора азотнокислой 2-водной ртути (I) получают делением установленного титра раствора на титр точно 0,05 моль/дм³ раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), т.е. 0,02626.

Титр 0,05 моль/дм³ раствора азотнокислой 2-водной ртути (I) устанавливают по двум-трем навескам хлористого натрия.

Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,001 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. Приготовление 1 %-ного раствора дифенилкарбазона

1 г реактива растворяют в 100 см³ 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 см³ 0,1 моль/дм³ раствора гидроксида натрия или гидроксида калия, постепенно прибавляют кипяченую дистиллированную воду. В мерной колбе раствор доводят кипяченой дистиллированной водой до 100 см³.

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 см³ в коническую колбу вместимостью 100—150 см³, добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 0,5 см³ на 10 см³ вытяжки и после взбалтывания четыре—шесть капель 1 %-ного спиртового раствора дифенилкарбазона. Раствор титруют 0,05 моль/дм³ 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/дм³ 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/дм³ раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), израсходованный на титрование, см³;

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

0,00585 — титр азотнокислой 2-водной ртути (I), выраженный по хлористому натрию, г/см³;

V_5 — объем вытяжки, приготовленный из навески, см³;

m — масса навески, г;

V_2 — объем фильтрата, израсходованный для титрования, см³.

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).**