

## М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

## КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения поваренной соли

Food concentrates.

Methods for determination of salt

ГОСТ  
15113.7-77МКС 67.050  
ОКСТУ 9109Постановлением 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.

Бюretки вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336-82.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336-82, вместимостью 10, 25 см<sup>3</sup>.Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 и 250 см<sup>3</sup>.Колбы конические по ГОСТ 25336-82, вместимостью 100, 150, 250 см<sup>3</sup>.Пипетки вместимостью 10, 20 и 50 см<sup>3</sup>.Стаканчики стеклянные вместимостью 0,3-0,5 и 10 см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> раствор.

Спирт этиловый ректифицированный 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/дм<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра

17 г химически чистого азотнокислого серебра, взвешенного с погрешностью не более ± 0,01 г, растворяют в 1000 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> дистиллированной воды.

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

Титр 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>.

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

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

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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> фильтрата, приготовленного по п. 2.3.2 или 2.3.3, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, нейтрализуют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором щелочи в присутствии фенолфталеина, прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора хромовокислого калия и титруют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент поправки к титру раствора азотнокислого серебра;

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

$V_2$  — объем вытяжки, приготовленный из навески, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$V_3$  — объем фильтрата, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

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 ХЛОРISTOGO NATRIYA MERCUROMETRICHESKIM METODOM

### 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.

Бюretki вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 и 250 см<sup>3</sup>.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 150 и 250 см<sup>3</sup>.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10, 25 см<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 10, 20 и 50 см<sup>3</sup>.

Пипетки градуированные вместимостью 1 см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>.

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

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

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин по НД, 1 %-ный спиртовой раствор.

### 3.3. Подготовка к испытанию

#### 3.3.1. Приготовление 0,05 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> теплой дистиллированной воды, в которую предварительно приливают 14,1 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. После растворения реактива общий объем раствора доводят дистиллированной водой до 1000 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> дистиллированной воды и титруют приготовленным раствором азотнокислой 2-водной ртути (I), добавив 0,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора азотнокислой 2-водной ртути (I) вычисляют по формуле

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

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, см<sup>3</sup>.

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

Титр 0,05 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.3.2. Приготовление 1 %-ного раствора дифенилкарбазона

1 г реактива растворяют в 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия или гидроксида калия, постепенно прибавляют кипяченую дистиллированную воду. В мерной колбе раствор доводят кипяченой дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup>.

### 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<sup>3</sup> в коническую колбу вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 0,5 см<sup>3</sup> на 10 см<sup>3</sup> вытяжки и после взбалтывания четыре—шесть капель 1 %-ного спиртового раствора дифенилкарбазона. Раствор титруют 0,05 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора азотнокислой 2-водной ртути (I), израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

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

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

$V_5$  — объем вытяжки, приготовленный из навески, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$V_2$  — объем фильтрата, израсходованный для титрования, см<sup>3</sup>.

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).