

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Метод определения содержания азота по Кьельдалю

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

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

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

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 593-ст

3 Стандарт гармонизирован с европейским стандартом ЕН 12135:1997 «Соки фруктовые и овощные. Определение содержания азота. Метод Кельдаля»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ**Метод определения содержания азота по Кильдалью**

Fruit and vegetable juices.
Kjeldahl method for determination of nitrogen content

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки и подобные им продукты и устанавливает метод определения содержания азота по Кильдалью в диапазоне измерений массовой концентрации азота от 300 до 2000 мг/дм³, массовой доли — от 300 до 2000 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензуры, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки. Методы отбора проб

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 26889—86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кильдайля

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюretки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51431—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности

ГОСТ Р 51433—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения содержания растворимых сухих веществ рефрактометром

ИСО 3696—87** Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе стандарта ИСО.

3 Определения и обозначения

3.1 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1.1 **общее содержание азота:** Количество присутствующего в продукте азота, определяемое в условиях, оговоренных в настоящем стандарте, и выраженное в миллиграммах на кубический дециметр или в миллиграммах на килограмм продукта.

3.2 Обозначения

В настоящем стандарте используют следующие обозначения:

c — молярная концентрация вещества;

ρ — массовая концентрация вещества;

x — массовая доля вещества;

φ — объемная доля.

4 Сущность метода

Метод основан на разложении пробы продукта с помощью концентрированной серной кислоты в присутствии катализатора с целью превращения органического азота в сульфат аммония, доведении разбавленного раствора до щелочного значения рН, перегонке освободившегося аммиака в раствор с избыточным содержанием борной кислоты, титровании серной или соляной кислотой для определения количества аммония, связанного борной кислотой, и вычислении содержания азота в пробе через количество полученного аммония.

5 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 50 или 200 г не ниже 3-го класса точности.

Колба Кельдаля по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³.

Аппарат для разложения с эффективным устройством отсоса кислотного дыма, образующегося при разложении продукта.

Аппарат для дистилляции, отвечающий требованиям ГОСТ 26889.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169 вместимостью 10 и 50 см³.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 10 и 50 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см³.

Бюretteка по ГОСТ 29251 1-го класса.

Колба коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 250 или 500 см³.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Вспомогательные средства для кипячения (стеклянные шарики, кусочки фарфора и пр.).

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., ρ₂₀ (H₂SO₄) = 1,84 г/см³.

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ: концентрированная серная кислота вызывает коррозию и является пожароопасным веществом! Носите непроницаемые перчатки. Избегайте попадания кислоты на кожу.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., стандартный раствор *c* (1/2 H₂SO₄) = =0,1 моль/дм³ или стандарт-титр [1] или

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а., стандартный раствор *c* (HCl) = 0,1 моль/дм³ или стандарт-титр [1].

Калий сернокислый (K₂SO₄) по ГОСТ 4145, х.ч.

Медь (II) сернокислая безводная (CuSO₄) [2] или

Медь (II) сернокислая 5-водная (CuSO₄·5H₂O) по ГОСТ 4165, х.ч.

Кatalитическая смесь: 100 г сульфата калия и 10 г сульфата меди (II) или 15,64 г сульфата меди (II) пятиводного, тщательно перемешанные в ступке.

Двуокись селена (SeO₂) [3].

Натрия гидроокись (NaOH) по ГОСТ 4328, х.ч., раствор *ρ* = 400 г/дм³.

Кислота борная (H₃BO₃) по ГОСТ 9659, х.ч. или ч.д.а., раствор *ρ* = 20 г/дм³.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта, φ (CH₃CH₂OH) = 95 %.

Метиловый красный [4].

Метиленовый голубой [5].

Индикаторный раствор: 100 мг метилового красного и 50 мг метиленового голубого растворены в 100 см³ этилового спирта.

Вода для лабораторного анализа по ИСО 3696 не ниже третьей категории качества.

Допускается использование других средств измерений, лабораторного оборудования, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

6.2 Подготовка проб — по ГОСТ 26671.

Концентрированные продукты разводят водой до заданного значения относительной плотности в соответствии с нормативным или техническим документом на конкретный вид продукта. Определяют относительную плотность разбавленного продукта по ГОСТ Р 51431 и ее значение указывают в протоколе.

7 Проведение испытаний

7.1 Разрушение органических веществ

Проводят два параллельных определения.

Пробу продукта объемом от 10 до 20 см³ (V_s) или навеску продукта массой от 10 до 20 г (m) помещают в колбу Кельдаля и переносят туда же несколько стеклянных шариков или других вспомогательных средств, используемых при кипячении. Пробу при необходимости разбавляют водой и осторожно нагревают на аппарате или в аппарате для разложения до тех пор, пока исследуемый образец не потемнеет, но не до полного его высушивания, после чего охлаждают.

Рассчитывают необходимое для анализа количество концентрированной серной кислоты, исходя из того, что на каждый 1 г растворимых сухих веществ в пробе сока (большинство из которых являются сахарами) требуется 4 см³ концентрированной серной кислоты; содержание растворимых сухих веществ в продукте находят через величину его относительной плотности, определяемой по ГОСТ Р 51431, или устанавливают по рефрактометру по ГОСТ Р 51433.

В колбу Кельдаля после ее остыивания вносят найденное расчетом количество серной кислоты плюс 1 см³ дополнительно. Добавляют 0,9 г каталитической смеси и одну гранулу двуокиси селена.

Колбу снова осторожно нагревают на или в аппарате для разложения, продолжая кипячение до тех пор, пока раствор не станет прозрачным, при этом часто поворачивают колбу так, чтобы на ее внутренней поверхности не осталось никаких частиц. Затем поддерживают кипение жидкости еще в течение 60 мин.

Охлаждают до комнатной температуры. Аккуратно добавляют примерно 35 см³ воды. Перемешивают и снова охлаждают.

7.2 Перегонка

В коническую колбу вносят 30—50 см³ раствора борной кислоты и 1-2 капли раствора индикатора, содержимое перемешивают. Присоединяют колбу к холодильнику аппарата для дистилляции так, чтобы кончик выходной трубы был погружен в раствор борной кислоты.

Количественно переносят содержимое колбы Кельдаля в дистилляционную установку. Добавляют с помощью мерного цилиндра 20—30 см³ раствора гидроокиси натрия.

Ведут перегонку так, чтобы за 4—5 мин собиралось примерно 100 см³ дистиллята. Следят, чтобы дистиллят эффективно охлаждался и температура содержимого конической колбы в течение процесса перегонки не превышала 25 °С. Примерно за 30 с до окончания перегонки опускают коническую колбу так, чтобы кончик выходной трубы больше не был погружен в раствор кислоты, и сполосывают кончик небольшим количеством воды.

7.3 Титрование

Титруют дистиллят в конической колбе, используя стандартный раствор кислоты, до тех пор, пока индикатор опять не приобретает розовый цвет. Записывают значение объема (V) серной или соляной кислоты, пошедшего на титрование.

8 Обработка и оформление результатов

Массовую концентрацию общего азота в исследуемом продукте ρ , мг/дм³, вычисляют по формуле

$$\rho = M \cdot c \cdot \frac{V}{V_s} \cdot 10^3, \quad (1)$$

где M — молярная масса азота, г/моль, $M(N) = 14$ г/моль;

c — молярная концентрация титрованного раствора, c (HCl) = 0,1 моль/дм³ или $c(1/2 H_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³;

V — объем раствора серной или соляной кислоты, израсходованной на титрование, см³;

V_s — объем пробы продукта, см³.

Массовую концентрацию общего азота выражают целым числом.

Массовую долю общего азота в исследуемом продукте x , мг/кг, вычисляют по формуле

$$x = M \cdot c \cdot \frac{V}{m} \cdot 10^3, \quad (2)$$

где m — масса навески продукта, г.

Массовую долю общего азота выражают целым числом.

Относительное расхождение между результатами двух определений, полученными при анализе одной и той же пробы продукта одним оператором с использованием одного и того же оборудования за возможно минимальный интервал времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости, равного 3 % ($P = 0,95$). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до трех значащих цифр.

Относительное расхождение между результатами определений, полученными для одной и той же пробы продукта в двух различных лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости, равного 9 % ($P = 0,95$).

Пределы относительной погрешности определения содержания азота при соблюдении условий, регламентируемых настоящим стандартом, не превышают $\pm 6\%$ ($P = 0,95$).

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;
 - результаты испытаний с указанием погрешности и единицы измерений;
 - соблюдение норматива контроля сходимости результатов;
 - особенности проведения испытаний (разведение концентрированной пробы, относительную плотность разведенной пробы и пр.);
 - отклонения условий проведения испытаний от описанных в стандарте, которые могли повлиять на результат.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

Библиография

- [1] ТУ 6-09-2540—72 Стандарт-титры
- [2] ТУ 6-09-4525—77 Медь (II) сернокислая безводная
- [3] ТУ 6-09-1338—76 Двуокись селена
- [4] ТУ 6-09-4070—75 Индикаторы. Метиловый красный
- [5] ТУ 6-09-29—76 Индикаторы. Метиленовый голубой