ГОСТ Р 51436—99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Титриметрический метод определения общей щелочности золы

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной 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. № 591-ст

3 Стандарт гармонизирован с европейским стандартом ЕН 12144:1996 «Соки фруктовые и овощные. Определение общей щелочности золы. Титриметрический метод»

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Титриметрический метод определения общей щелочности золы

Fruit and vegetable juices.
Titrimetric method for determination of total alkalinity of ash

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки и подобные им продукты и устанавливает титриметрический метод определения общей щелочности золы.

Диапазон определения общей щелочности золы 1 $дм^3$ (или 1 кг) продукта — от 5 до 80 ммоль $NaOH/дм^3$ (или ммоль NaOH/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. 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 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. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51432—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения содержания золы

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

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **общая щелочность золы 1 $дм^3$ (или 1 кг) продукта:** Щелочность золы, определенная в соответствии с методом, приведенным в настоящем стандарте, и выраженная в количестве гидроксида натрия (в миллимолях) по отношению к количеству продукта (в кубических дециметрах или килограммах).

---

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

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

Издание официальное

4 Сущность метода

Метод основан на титровании раствором гидроксида натрия в присутствии смешанного индикатора (метилового красного/метиленового голубого) избыточного количества серной кислоты, в которой растворена зола, полученная по ГОСТ Р 51432.

5 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания до 200 г, 2-го класса точности.

Бюретка по ГОСТ 29251, 1-го класса точности, вместимостью 10 $см^3$, с ценой наименьшего деления 0,02 $см^3$.

Пипетка по ГОСТ 29227, типа 2, 1-го класса точности, вместимостью 10, 20 и 25 $см^3$.

Колба коническая по ГОСТ 25336, исполнения 2, вместимостью 100 $см^3$.

Платиновая чашка диаметром 80 мм.

Стекло часовое диаметром 100 мм.

Баня водяная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., стандартный титрованный раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/$дм^3$.

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

Метиловый красный индикатор.

Метиленовый голубой индикатор.

Вода для лабораторного анализа по ИСО 3696, категории 3.

Допускается использование других средств измерений, реактивов и материалов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

6.2 Подготовка проб к испытаниям — по ГОСТ 26671 и разделу 6 ГОСТ Р 51432.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Приготовление индикаторного раствора

100 мг метилового красного и 50 мг метиленового голубого растворяют в 100 $см^3$ смеси этилового спирта и воды (1:1 по объему).

8 Проведение испытаний

8.1 Минерализация пробы

При испытаниях каждого образца проводят два параллельных определения.

Пробу объемом 25 $см^3$ (или массой 25 г) минерализуют по ГОСТ Р 51432.

8.2 Титриметрический анализ

Золу, полученную по 8.1, смачивают небольшим количеством воды, после чего к ней добавляют отмеренное избыточное количество раствора серной кислоты. Платиновую чашку закрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 15 мин на кипящей водяной бане, не выпаривая жидкость досуха. Содержимое чашки переносят в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, чашку и часовое стекло при этом аккуратно ополаскивают небольшим количеством воды. После охлаждения к содержимому колбы добавляют несколько капель индикаторного раствора. Содержимое колбы титруют стандартным раствором гидроксида натрия, предварительно титрованным в присутствии того же индикатора. Точке эквивалентности соответствует момент перехода окраски индикатора от красно-фиолетовой к бесцветной.

9 Обработка и оформление результатов

Общую щелочность золы 1 дм^3 продукта x_1, ммоль NaOH/дм^3, вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{c_1 V_1 - c_2 V_2}{V_3} \cdot 10^3, \quad (1)$$

где c_1 — концентрация серной кислоты в стандартном титрованном растворе, моль/дм^3;
c_2 — концентрация гидроксида натрия в стандартном титрованном растворе, моль/дм^3;
V_1 — объем раствора серной кислоты, добавленный к золе, см^3;
V_2 — объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, см^3;
V_3 — объем пробы, взятый для озоления, см^3.

Общую щелочность золы 1 кг продукта x_2, ммоль NaOH/кг, вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{c_1 V_1 - c_2 V_2}{m} \cdot 10^3, \quad (2)$$

где m — масса навески пробы, взятой для озоления, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы, с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, в течение возможно минимального интервала времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости 4,5 % (P = 0,95). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости 8 % (P = 0,95).

Пределы относительной погрешности определения щелочности золы при соблюдении условий, регламентируемых настоящим стандартом, не превышают ±5,5 % (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;
- результат испытаний с указанием погрешности и единицы измерений;
- соблюдение норматива контроля сходимости результатов;
- особенности проведения испытаний (разведение концентрированного сока, относительную плотность разведенной пробы и пр.);
- отклонения условий проведения испытаний от описанных в методике, которые могли повлиять на результат.

ОКС 67.160.20 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: фруктовые и овощные соки, зола, общая щелочность, титриметрический метод определения