

## **МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**

Определение массовой доли хлоридов

Часть 1

Метод Фольгарда

## **МЯСА І МЯСНЫЯ ПРАДУКТЫ**

Вызначэнне масавай долі хларыдаў

Частка 1

Метад Фольгарда

(ISO 1841-1:1996, IDT)

Издание официальное

БЗ 10-2009



---

УДК 637.5.07:543.242.1(083.74)(476)

МКС 67.120.10

КП 03

IDT

**Ключевые слова:** мясо, мясо птицы, мясные продукты, массовая доля хлоридов, хлориды

ОКП РБ 15.1.1; 15.12.1; 15.13.12

---

## Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским дочерним унитарным предприятием «Институт мясо-молочной промышленности» республиканского унитарного предприятия «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию» (РУП «Институт мясо-молочной промышленности»)

ВНЕСЕН национальным техническим комитетом по стандартизации «Продовольственное сырье и продукты его переработки»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 16 ноября 2009 г. № 58

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1841-1:1996 Meat and meat products – Determination of chloride content – Part 1: Volhard method (Мясо и мясные продукты. Определение массовой доли хлоридов. Часть 1. Метод Фольгарда).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 6 «Мясо и мясные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Сельскохозяйственные пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в Национальном фонде ТНПА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2009

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

---

Издан на русском языке

**Содержание**

1 Область применения.....	1
2 Термины и определения.....	1
3 Сущность метода .....	1
4 Реактивы .....	1
5 Лабораторное оборудование, средства измерений .....	2
6 Отбор проб.....	2
7 Подготовка пробы .....	2
8 Порядок проведения испытаний .....	2
9 Обработка результатов .....	3
10 Точность .....	3
11 Протокол испытаний.....	4
Приложение А (справочное) Библиография .....	5

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ  
Определение массовой доли хлоридов  
Часть 1  
Метод Фольгарда

МЯСА І МЯСНЫЯ ПРАДУКТЫ  
Вызначэнне масавай долі хларыдаў  
Частка 1  
Метад Фольгарда

Meat and meat products  
Determination of chloride content  
Part 1  
Volhard method

Дата введения 2010-07-01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой доли хлоридов в мясе, включая мясо птицы, и мясных продуктах с содержанием хлорида натрия не менее 1,0 %.

## 2 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

**2.1 массовая доля хлоридов в мясе и мясных продуктах** (chloride content of meat and meat-products): Общее содержание хлоридов, определенное методом, установленным в настоящем стандарте, и выраженное как массовая доля хлорида натрия в процентах.

## 3 Сущность метода

Экстрагируют навеску горячей водой и осаждают белки. После фильтрования и подкисления к экстракту в избытке добавляют раствор азотнокислого серебра и оттитровывают этот избыток раствором роданистого калия.

## 4 Реактивы

Если не указано иное, все реактивы должны быть аналитического качества (не ниже х. ч.).

### 4.1 Вода, дистиллированная и не содержащая галогенов.

Проба на отсутствие галогенов: к 100 мл воды добавляют 1 мл азотнокислого серебра [ $c(\text{AgNO}_3) \approx 0,1$  моль/л] и 5 мл азотной кислоты [ $c(\text{HNO}_3) \approx 4$  моль/л]. Допускается только легкое помутнение.

### 4.2 Нитробензол или гептиловый спирт.

### 4.3 Азотная кислота [ $c(\text{HNO}_3) \approx 4$ моль/л].

Смешивают один объем концентрированной азотной кислоты ( $1,39 \text{ г/мл} \leq \rho_{20} \leq 1,42 \text{ г/мл}$ ) с тремя объемами воды.

### 4.4 Растворы для осаждения белков

#### 4.4.1 Раствор А

106 г 3-водного железистосинеродистого калия [ $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ] растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл (см. 5.2) и доводят объем до метки водой.

#### 4.4.2 Раствор Б

220 г 2-водного уксуснокислого цинка  $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  растворяют в воде, добавляют 30 мл ледяной уксусной кислоты, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл (см. 5.2) и доводят объем до метки водой.

#### 4.5 Азотнокислое серебро, стандартный титрованный раствор $[\text{c}(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ моль/л}]$ .

16,9890 г азотнокислого серебра, предварительно высушенного при температуре  $(150 \pm 2)^\circ\text{C}$  в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе, растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл (см. 5.2) и доводят объем до метки водой.

Раствор хранят в сосуде из темного стекла вдали от прямого солнечного света.

#### 4.6 Роданистый калий, стандартный титрованный раствор $[\text{c}(\text{KSCN}) = 0,1 \text{ моль/л}]$ .

Около 9,7 г роданистого калия растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл (см. 5.2) и доводят объем до метки водой. Стандартизируют раствор с точностью до 0,0001 моль/л по стандартному раствору азотнокислого серебра (см. 4.5), используя в качестве индикатора раствор железоаммонийных квасцов (см. 4.7).

#### 4.7 Железоаммонийные квасцы

При комнатной температуре готовят насыщенный водный раствор 12-водного аммоний-железа (III) сульфата  $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}]$ .

### 5 Лабораторное оборудование, средства измерений

Используют обычное лабораторное оборудование и средства измерений.

**5.1 Оборудование для измельчения**, механическое или электрическое, способное измельчить пробу образца. Это может быть высокоскоростной ротационный куттер (измельчитель-гомогенизатор) или мясорубка с решеткой, диаметр отверстий которой не превышает 4,5 мм.

**5.2 Мерные колбы с одной меткой** вместимостью 200 и 1 000 мл.

**5.3 Конические колбы** вместимостью 250 мл.

**5.4 Бюретки** вместимостью 25 или 50 мл.

**5.5 Мерные пипетки с одной меткой** вместимостью 20 мл.

**5.6 Кипящая водяная баня.**

**5.7 Аналитические весы** с допускаемой погрешностью взвешивания  $\pm 0,0001 \text{ г}$ .

### 6 Отбор проб

Проба должна быть представительной, а также не должна иметь повреждений и изменений после транспортирования и хранения.

Рекомендуемый метод отбора проб – по ISO 3100-1.

От объединенной пробы отбирают лабораторную пробу массой не менее 200 г.

### 7 Подготовка пробы

**7.1** Пробу измельчают с помощью соответствующего оборудования (см. 5.1). При этом температура пробы не должна подниматься выше  $25^\circ\text{C}$ . При использовании мясорубки пробу необходимо пропустить через нее как минимум дважды.

**7.2** Подготовленную пробу помещают в воздухонепроницаемый сосуд. Сосуд закрывают и хранят таким образом, чтобы предотвратить порчу и изменение состава продукта, используя образец по возможности скорее, но не позднее чем через 24 ч после измельчения.

### 8 Порядок проведения испытаний

Примечание – Для проверки сходимости проводят два единичных определения в одинаковых условиях в соответствии с 8.1 – 8.4.

#### 8.1 Взятие навески

Около 10 г испытуемой пробы взвешивают с точностью до третьего десятичного знака и количественно переносят в коническую колбу (см. 5.3).

## 8.2 Удаление белковых веществ

В колбу с навеской (см. 8.1) добавляют 100 мл горячей воды (см. 4.1). Колбу с содержимым нагревают в течение 15 мин на кипящей водяной бане (см. 5.6). Периодически колбу с содержимым встряхивают.

Оставляют колбу с содержимым при комнатной температуре для охлаждения, затем последовательно добавляют 2 мл раствора А (см. 4.4.1) и 2 мл раствора Б (см. 4.4.2), тщательно взбалтывая после каждого прибавления.

Колбу выдерживают в течение 30 мин при комнатной температуре. Затем содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл (см. 5.2) и доводят объем до метки водой. Тщательно перемешивают содержимое и фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Примечание – Если настоящий метод применяется для определения массовой доли нитратов и нитритов или если в пробе присутствует аскорбиновая кислота, содержание которой более 0,1 %, то к навеске (см. 8.1) необходимо добавить 0,5 г активированного угля. После смешивания с растворами А и Б содержимое колбы доводят до pH 7,5 – 8,3 раствором гидроокиси натрия.

## 8.3 Проведение испытаний

В коническую колбу (см. 5.3) пипеткой (см. 5.5) переносят 20 мл фильтрата, добавляют мерным цилиндром 5 мл разбавленной азотной кислоты (см. 4.3) и 1 мл железоаммонийных квасцов (см. 4.7) в качестве индикатора.

В ту же коническую колбу пипеткой (см. 5.5) вносят 20 мл раствора азотнокислого серебра (см. 4.5), добавляют мерным цилиндром 3 мл нитробензола или гептилового спирта и тщательно перемешивают. Энергично встряхивают до выпадения осадка. Содержимое колбы титруют раствором роданистого калия (см. 4.6) до появления стойкой розовой окраски. Измеряют объем раствора роданистого калия, израсходованный на титрование, и записывают результат с точностью до 0,05 мл.

## 8.4 Контрольное испытание

Контрольное испытание проводят в соответствии с 8.2 и 8.3, используя такой же объем азотно-кислого серебра (см. 4.5).

## 9 Обработка результатов

Массовую долю хлоридов  $W_{Cl}$ , %, в пересчете на хлорид натрия вычисляют по формуле

$$W_{Cl} = 0,05844(V_2 - V_1) \cdot \frac{200}{20} \cdot \frac{100}{m} \cdot c = 58,44 \frac{V_2 - V_1}{m} \cdot c,$$

где  $V_1$  – объем раствора роданистого калия (см. 4.6), израсходованный на испытание (см. 8.3), мл;

$V_2$  – объем раствора роданистого калия (см. 4.6), израсходованный на контрольное испытание, мл;

$c$  – концентрация раствора роданистого калия (см. 4.6), моль/л;

$m$  – масса навески, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака и записывают результат с точностью до 0,05 %.

## 10 Точность

Точность метода была установлена в ходе межлабораторных испытаний (см. [4]), выполненных в соответствии с ISO 5725. Значения, полученные для предела сходимости  $r$  и предела воспроизводимости  $R$ , соответствуют уровню вероятности 95 %.

### 10.1 Сходимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученными при применении одного и того же метода на идентичном испытуемом образце в одной лаборатории одним и тем же лаборантом с использованием одного и того же оборудования, выполненных за короткий промежуток времени, не должно превышать:

- 0,15 % для проб с массовой долей хлорида натрия от 1,0 % до 2,0 %;
- 0,20 % для проб с массовой долей натрия более 2,0 %.

## 10.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных определений, полученными при применении одного и того же метода на идентичном испытуемом образце в разных лабораториях разными лаборантами с использованием различного оборудования, не должно превышать:

- 0,20 % для проб с массовой долей хлорида натрия от 1,0 % до 2,0 %;
- 0,30 % для проб с массовой долей хлорида натрия более 2,0 %.

## 11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- метод отбора проб, если он известен;
- применяемый метод испытаний;
- полученные результаты;
- если проверена сходимость – конечную сумму результатов.

В протоколе испытаний следует указать все особенности проведения испытаний, не предусмотренные настоящим стандартом или рассматриваемые как необязательные, а также любые факторы, которые повлияли на результаты испытаний.

Протокол испытаний должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

**Приложение А**  
(справочное)

**Библиография**

- [1] ISO 3100-1:1991 Meat and meat product – Sampling and preparation of test samples – Part 1: Sampling  
(Мясо и мясные продукты. Отбор проб и подготовка испытательных образцов. Часть 1. Отбор проб)
- [2] ISO 5725:1986 \* Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests  
(Точность методов испытания. Определение сходимости и воспроизводимости для стандартных методов испытания при межлабораторных испытаниях)
- [3] Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach Par. 35 LMBG. Bestimmung des Kochsalzgehaltes in Fleisch und Fleischerzeugnissen. L 06.00-5, September 1980  
(Определение содержания поваренной соли в мясе и мясных продуктах)
- [4] Beljaars P. R. and Horwitz W. Comparison of the Volhard and potentiometric methods for the determination of chloride in meat products: Collaborative study. J. Assoc. Off. Anal. Chem., 68, 1985, pp. 480 – 484  
(Сравнение метода Фольгарда и потенциометрического метода для определения хлоридов в мясе и мясных продуктах)

---

\* В настоящее время отменен, был использован для получения точностных данных.



Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

---

Сдано в набор 19.11.2009. Подписано в печать 08.12.2009. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.  
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,04 Уч.-изд. л. 0,32 Тираж экз. Заказ

---

Издатель и полиграфическое исполнение:  
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие  
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)  
ЛИ № 02330/0549409 от 08.04.2009.  
ул. Мележа, 3, 220113, Минск.