
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ ISO
1841-2—
2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ
Потенциометрический метод
определения массовой доли хлоридов

(ISO 1841-2:1996, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 – 92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом птицеперерабатывающей промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПП Россельхозакадемии) на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 116)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 7 июня 2013 г. № 43)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1841-2:1996 Meat and meat products. Determination of chloride content – Part 2: Potentiometric method (Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлоридов. Часть 2. Потенциометрический метод).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в связи с особенностями построения межгосударственной системы стандартизации.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июля 2013 г. № 454-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 1841-2–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Международная организация по стандартизации (ИСО) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов - членов ИСО). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ИСО, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ИСО работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (МЭК).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ИСО/МЭК, часть 3.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего стандарта могут быть объектом патентных прав. ИСО не несет ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 1841-2 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34 «Сельскохозяйственные пищевые продукты», Подкомитетом SC 6 «Мясо и мясные продукты».

Международный стандарт ISO 1841 состоит из двух частей под общим названием «Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлоридов»:

часть 1: Метод Фольгарда;

часть 2: Потенциометрический метод.

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Потенциометрический метод
определения массовой доли хлоридовMeat and meat products.
Potentiometric method for determination of chloride content

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли хлоридов в мясе и мясных продуктах, включая мясо птицы и продукты из него, с массовой долей хлорида натрия равной или превышающей 0,25 %.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 массовая доля хлоридов в мясе и мясных продуктах: Общее содержание хлоридов, определенное методом, изложенным в настоящем стандарте и выраженное в виде массовой доли хлорида натрия в процентах.

3 Сущность метода

Пробу диспергируют в воде. Аликвоту полученной суспензии подкисляют и потенциометрически титруют раствором азотнокислого серебра с использованием серебряного электрода.

4 Реактивы

Используют реактивы только известной аналитической марки, если нет других указаний.

4.1 Вода дистиллированная и не содержащая ионов галогенов.

Проба на отсутствие ионов галогенов: к 100 см³ воды добавляют 1 см³ азотнокислого серебра [с(AgNO₃) ≈ 0,1 моль/дм³] и 5 см³ азотной кислоты [с(HNO₃) ≈ 4 моль/дм³]. Допускается образование только легкого помутнения.

4.2 Азотная кислота, разбавленный раствор в объемном соотношении 1 : 49.

Разбавляют 20 см³ концентрированной азотной кислоты (ρ₂₀ = 1,40 г/см³) водой и доводят объемом до 1000 см³ водой.

4.3 Серебро азотнокислое, стандартный раствор, с(AgNO₃) = 0,0856 моль/дм³

В воде растворяют 14,541 г азотнокислого серебра, предварительно высушенного в течение 2 ч при температуре (150 ± 2) °С и охлажденного в эксикаторе. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 см³ и доводят водой до отметки.

Полученный раствор хранят в темной стеклянной посуде в защищенном от прямого солнечного света месте.

4.4 Натрия хлорид, стандартный раствор с(NaCl) = 0,0856 моль/дм³

В воде растворяют 5,000 г хлорида натрия, предварительно высушенного в течение 2 ч при температуре (110 ± 2) °С и охлажденного в эксикаторе. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 см³ и доводят водой до отметки.

5 Оборудование

Используется обычное лабораторное оборудование, в частности, следующее:

ГОСТ ISO 1841-2—2013

5.1 Устройство для гомогенизации механическое или электрическое, способное гомогенизировать пробу. Это может быть высокоскоростной ротационный куттер или мясорубка с решеткой, диаметр отверстий которой не превышает 4,5 мм.

5.2 Лабораторный смеситель (блендер), оборудованный переключателем для перемешивания при низкой и высокой скорости вращения.

5.3 Electrodes, комбинированный серебряный электрод биллетного (твердотельного) типа, или отдельные серебряный индикаторный электрод и стеклянный электрод сравнения

Перед первым использованием и, при необходимости, ежедневно перед использованием рабочую поверхность серебряного комбинированного электрода чистят чистящим порошком или другим подходящим средством, затем тщательно ополаскивают водой (после испытания некоторых видов образцов может потребоваться ополаскивание горячей водой). Очистку других типов электродов проводят в соответствии с рекомендациями изготовителя. При необходимости, для предотвращения смещения измеряемой конечной точки титрования проводят дополнительную очистку. В течение испытаний нескольких образцов периодически ополаскивают электроды водой и вытирают тканью для предотвращения образования пленки. При использовании серебряных электродов биллетного типа нет необходимости покрывать их хлоридом серебра.

5.4 Магнитная мешалка с регулировкой на постоянную скорость вращения.

5.5 pH-метр предпочтительно с непосредственным, например, цифровым, отсчетом показаний с ценой деления шкалы не более 10 мВ и диапазоном измерения не менее ± 700 мВ.

5.6 Пипетка вместимостью 50 см³.

5.7 Весы с погрешностью взвешивания $\pm 0,1$ г.

6 Отбор проб

Важно, чтобы в лабораторию поступала действительно представительная проба без повреждений и изменений при транспортировании и хранении.

Отбор проб не является предметом настоящей части ISO 1841. Рекомендуемый отбор проб изложен в ISO 3100-1¹.

Масса представительной пробы должна быть не менее 200 г.

7 Подготовка пробы

7.1 Лабораторную пробу гомогенизируют с помощью подходящего оборудования (5.1). Температура пробы при этом не должна превышать 25 °С. При использовании мясорубки пробу пропускают через нее не менее двух раз.

7.2 Подготовленную пробу помещают в воздухонепроницаемую емкость, закрывают и хранят, не допуская ее порчи и изменения состава. Испытания (анализ) пробы проводят по возможности быстрее, но не позднее 24 ч после гомогенизации.

8 Порядок определения

Примечание 1 – При необходимости проверки выполнения требования по повторяемости (11.2) проводят два единичных определения в соответствии с 8.1 – 8.4 с соблюдением условий повторяемости.

8.1 Проба

В емкости смесителя (блендера) вместимостью 1000 см³ взвешивают пробу массой примерно 50 г с точностью не более 0,1 г.

8.2 Диспергирование

8.2.1 К пробе (8.1) добавляют 450 см³ воды (4.1). Емкость закрывают и включают смеситель (блендер) (5.2) на малую скорость вращения для начального диспергирования. Затем проводят тщательное перемешивание при высокой скорости в течение от 1 до 2 мин так, чтобы получить однородную суспензию твердого материала.

8.2.2 Сразу после перемешивания в предварительно взвешенный стакан вместимостью 250 см³ с помощью пипетки (5.6) вносят 50 см³ полученной суспензии пробы. Определяют массу испытуемого раствора. Далее продолжают определение по 8.4.

¹ Действует только для применения настоящего стандарта.

8.3 Кривая титрования

8.3.1 В стакан вместимостью 250 см³ с помощью пипетки вносят 25 см³ раствора хлорида натрия (4.4). Разбавляют водой до общего объема примерно 50 см³ и добавляют 50 см³ разбавленной азотной кислоты (4.2).

8.3.2 В полученный раствор помещают электроды (5.3) и включают перемешивание раствора. В процессе титрования перемешивание должно проводиться с постоянной скоростью достаточно энергично и без разбрызгивания.

8.3.3 Титрование проводят раствором азотнокислого серебра (4.3), регулируя скорость капания по скорости изменения потенциала (5.5) так, чтобы построить правильный график зависимости изменения потенциала в милливольтках (ось Y) от объема раствора азотнокислого серебра в см³ (ось X). Всего добавляют 50 см³ раствора азотнокислого серебра для построения полной кривой титрования.

8.3.4 Точку перегиба определяют, проведя две прямые линии под углом наклона 45° к осям и касательно к кривой титрования в двух точках ее наибольшей кривизны.

Примечание 2 – Точка перегиба определяется как точка пересечения кривой титрования и линии, находящейся посередине между двумя проведенными линиями и параллельно им.

8.3.5 Точку перегиба используют как конечную точку при титровании раствора пробы (8.4). Периодически перепроверяют потенциал конечной точки относительно связующего потенциала электрода сравнения. При замене отдельного электрода, комбинированного электрода либо pH-метра конечную точку определяют заново построением новой кривой титрования.

8.3.6 Исходя из израсходованного на титрование раствора азотнокислого серебра рассчитывают его молярную концентрацию и доводят ее до 0,0856 моль/дм³.

8.4 Определение

В суспензию пробы добавляют 50 см³ разбавленной азотной кислоты (4.2) и титруют, как описано в 8.3 для раствора хлорида натрия. Если концентрация хлорида равна или меньше 1 %, то используют бюретку вместимостью 10 см³.

При проведении серии испытаний одного и того же мясного продукта для достижения большей точности используют конечную точку, измеренную по кривой титрования (8.3) этого мясного продукта, а не конечную точку, полученную на стандартном растворе хлорида натрия.

8.5 Контрольное определение

Контрольное определение проводят по 8.2.2 – 8.4, заменив в 8.2.2 суспензию пробы водой.

9 Расчет

Содержание хлоридов в образце вычисляют по формуле

$$w_{Cl} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \cdot 50 \cdot 58,44}{m_1 \cdot m},$$

где w_{Cl} – содержание хлоридов в образце, выраженное в виде массовой доли хлорида натрия в процентах;

V_1 – объем азотнокислого серебра (4.3), израсходованного на титрование суспензии пробы (8.4), см³;

V_2 – объем азотнокислого серебра (4.3), израсходованного на контрольное титрование (8.5), см³;

c – концентрация раствора азотнокислого серебра (4.3), моль/дм³;

m_1 – масса испытуемой суспензии (8.2.2), г;

m – масса испытуемой пробы, г.

Результат записывают с округлением до 0,1 % (массовая доля).

10 Точность

Показатели точности метода установлены с помощью межлабораторных испытаний (см. [5]), выполненных в соответствии с ISO 5725¹. Значения предела повторяемости r и предела воспроизводимости R получены для уровня вероятности 95 %.

10.1 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученных при использовании одного и того же метода, для идентичного испытуемого материала, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости r , вычисляемый по формуле

$$r = 0,002 + 0,033 w_{\text{Cl}}$$

где w_{Cl} – среднеарифметическое значение двух результатов определения массовой доли хлорида натрия, %.

10.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученных при использовании одного и того же метода, для идентичного испытуемого материала, в различных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости R , вычисляемый по формуле

$$R = 0,005 + 0,066 w_{\text{Cl}}$$

где w_{Cl} – среднеарифметическое значение двух результаты определения массовой доли хлорида натрия, %.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

- использованный метод отбора образцов, если он известен;
- использованный метод испытания;
- полученный(е) результат(ы) испытания;
- если проводилась проверка повторяемости, окончательный оцененный результат.

Необходимо также указать все подробности проведения испытания, не установленные настоящим стандартом или рассматриваемые как факультативные, а также детальное описание всех случаев, которые могли повлиять на результаты испытания.

В протокол испытаний также должна быть включена вся информация, необходимая для полной идентификации образца.

Библиография

- [1] ISO 3100-1:1991 Мясо и мясные продукты. Отбор образцов и подготовка проб. Часть 1. Отбор образцов (отменен 01.09.2003 г.)
- [2] ISO 5725:1986 Точность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений с помощью межлабораторных испытаний (отменен 20.12.1994 г., использован для получения данных по точности метода)
- [3] Codex Alimentarius Committee
FAO/WHO Отчет 9-й Сессии Комитета Кодекс Алиментариус по методам анализа и отбору образцов. Определение общих хлоридов, потенциометрический метод. Приложение II. Организация по пищевым продуктам и сельскому хозяйству ООН, 1975, Рим, Италия
- [4] Brammel W.S. Межлабораторное исследование определения хлорида натрия в пищевых продуктах методом потенциометрического титрования. – J. Assoc. Off. Anal. Chem., v. 57, 1974, pp.1209 – 1216
- [5] Beljaars P.R., Horwitz W. Сравнение меда Фольгарда и потенциометрического метода определения хлоридов в мясных продуктах. - J. Assoc. Off. Anal. Chem., v. 68, 1985, pp. 480 – 484

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, массовая доля хлоридов, потенциометрический метод, определение, сущность метода, реактивы, оборудование, отбор проб, подготовка пробы, порядок определения, расчет, точность, протокол испытаний

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84¹/₈.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1949.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

