



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ПРОДУКТИ ОВОЧЕВІ

**Визначання вмісту хлоридів
(контрольний метод)
(ISO 3634:1979, IDT)**

ДСТУ ISO 3634:2004

Видання офіційне

БЗ № 3-2004/97

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2005

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет ТК 24 «Продукти з овочів і фруктів та устаткування для їх переробки», Державний науково-дослідний і проектно-конструкторський інститут «Консервпромкомплекс» (ДНДПКІ «Консервпромкомплекс»)

ПЕРЕКЛАД ТА НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Ю. Пилипенко**, канд. екон. наук; **І. Мазуренко**, **Д. Бабіна**, **Т. Морозова**, **О. Авраменко**, **Н. Іщенко**, **Т. Гайдукова**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 30 квітня 2004 р. № 85 з 2005–07–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 3634:1979 Vegetable products — Determination of chloride content (Продукти овочеві. Визначання вмісту хлоридів)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2005

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Терміни та визначення понять	1
3 Суть методу	1
4 Реактиви	1
5 Апаратура	2
6 Визначання	2
6.1 Готування аналітичної проби	2
6.2 Порція для аналізування	2
6.3 Визначання	2
7 Опрацьовування результатів	3
8 Особливий випадок — продукти, які містять в собі антоціанові пігменти	4
8.1 Реактиви	4
8.2 Випробовування	4
9 Протокол випробовування	4

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 3634:1979 Vegetable products — Determination of chloride content (Продукти овочеві. Визначання вмісту хлоридів).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 24 «Продукти з овочів і фруктів та устаткування для їх переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ», «Терміни та визначення понять» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- позначки одиниць вимірювання відповідають серії стандартів ДСТУ 3651–97 Метрологія. Одиниці фізичних величин.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ПРОДУКТИ ОВОЧЕВІ

Визначання вмісту хлоридів
(контрольний метод)

ПРОДУКТЫ ОВОЩНЫЕ

Определение содержания хлоридов
(контрольный метод)

VEGETABLE PRODUCTS

Determination of chloride content
(control test)

Чинний від 2005-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює метод визначання вмісту хлоридів у овочевих продуктах.

1.1 Особливий випадок

Якщо в продукті містяться натуральні антоціанові пігменти, метод застосовують зі змінами, наведеними в розділі 8.

2 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

вміст хлоридів у овочевих продуктах (*chloride content of vegetable products*)

Загальний вміст хлоридів що його визначають відповідно зі встановленим методом та виражають масову частку хлоридів у відсотках у перерахуванні на хлорид натрію.

3 СУТЬ МЕТОДУ

Осаджування хлоридів доданням з надлишком стандартного титрованого розчину азотнокислого срібла (нітрату срібла) і титрування цього надлишку азотнокислого срібла стандартним титрованим розчином роданистого калію.

4 РЕАКТИВИ

Усі реактиви повинні бути відомої аналітичної якості. Вода повинна бути здистильованою або еквівалентної чистоти.

4.1 Нітробензол

4.2 Кислота азотна, розчин 4N

Змішують один об'єм азотної кислоти (густиною 1,39—1,42 г/см³) з трьома об'ємами води.

4.3 Срібло азотнокисле, стандартний титрований розчин 0,100 ON

Азотнокисле срібло (AgNO₃) висушують за температури 150 °С протягом двох годин і охолоджують у ексікаторі. Розчиняють у воді 16,9890 г висушеного азотнокислого срібла в колбі місткістю 1000 см³ та доводять об'єм водою до мітки.

4.4 Калій роданистий, стандартний протитрований розчин 0,1N

9,72 г роданистого калію (KSCN) розчиняють у воді, кількісно переносять в мірну колбу місткістю 1000 см³ і доводять об'єм водою до мітки. Точну молярну концентрацію цього розчину визначають титруванням розчином азотнокислого срібла (4.3) в присутності сульфату заліза (III) і амонію (4.5).

4.5 Сульфат заліза (III) амонію (залізо-амонійний галун)

[(NH₄)₂SO₄ · Fe₂(SO₄)₃ · 24 H₂O], насичений водний розчин підкислений азотною кислотою (5 мл азотної кислоти густиною 1,39—1,42 г/см³ на 100 см³ розчину).

5 АПАРАТУРА

Стандартне лабораторне устаткування і:

5.1 Гомогенізатор або ступка (для густих, пастоподібних або твердих продуктів) (6.1.3).

5.2 Склянка хімічна, місткістю 250 см³.

5.3 Колба мірна місткістю 250 см³, яка відповідає вимогам ISO 1042.

5.4 Піпетки, з одною міткою, місткістю 1; 3; 5; 20 см³, які відповідають вимогам ISO 648.

5.5 Колба конічна, місткістю 200 см³.

5.6 Бюретки, місткістю 25 см³, які відповідають вимогам ISO/R 385.

6 ВИЗНАЧАННЯ

6.1 Готування аналітичної проби

6.1.1 *Продукти, які містять в собі тверді та рідкі фази*

У разі наявності інструкції визначають на фазі, зазначеній в інструкції. Якщо інструкція відсутня і продукти свіжоприготовлені, лабораторну пробу ретельно перемішують і визначання виконують у гомогенізованій пробі.

6.1.2 *Рідкі продукти*

Ретельно перемішують аналітичну пробу.

6.1.3 *Густі, пастоподібні або тверді продукти*

Аналітичну пробу подрібнюють у гомогенізаторі або ступці (5.1). Якщо потрібно, продукт ріжуть на дрібні шматочки перед подрібненням. Ретельно перемішують подрібнену пробу.

6.2 Порція для аналізування

З приготовленої проби продукту в хімічну склянку (5.2) місткістю 250 см³ беруть наважку масою 25 г (зважену з точністю до 0,01 г) аналітичної проби (6.1).

6.3 Визначання

6.3.1 *Готування розчину для аналізування*

До порції для аналізування (наважки) (6.2) додають 100 см³ гарячої води і перемішують вміст хімічної склянки до отримання однорідної консистенції. Вміст хімічної склянки нагріва-

ють до кипіння, та кип'яють протягом 1 хв. Охолоджують, переносять кількісно в мірну колбу (5.3) місткістю 250 см³, об'єм доводять водою до мітки.

Ретельно перемішують, відстоюють протягом 15 хв, потім фільтрують крізь паперовий рифлений фільтр, збираючи фільтрат F в суху колбу.

6.3.2 Титрування

Відбирають піпеткою (5.4) в конічну колбу (5.5) 20 см³ фільтрату F (6.3.1) і додають 5 см³ азотної кислоти (4.2) і 5 см³ розчину залізо-амонійного галуноу (4.5).

Бюреткою (5.6) додають об'єм (V_1) розчину азотнокислого срібла (4.3) в такій кількості, щоб після осадження хлоридів залишалася 5—10 см³ розчину азотнокислого срібла в надлишку. Додають 3 см³ нітробензолу (4.1) та інтенсивно струшують вміст колби для коагуляції осаду.

ЗАСТОРОГА! Треба бути особливо обережним під час використання нітробензолу через його токсичність.

Виконують зворотне титрування надлишку азотнокислого срібла титрованим розчином роданистого калію (4.4) до появи цегляно-червоної забарви, яка зберігається протягом 5 хв. Відмічають об'єм (V_2) розчину роданистого калію.

6.3.3 Кількість визначань

Виконують два визначання з однієї і тієї самої аналітичної проби (6.1).

7 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

7.1 Спосіб обчислювання та формули

Масову частку хлоридів в перерахуванні на хлорид натрію у відсотках, обчислюють за формулою:

$$0,005845(V_1 - V_2) \cdot \frac{100}{m} \cdot \frac{V_3}{V_4} = \frac{0,5845(V_1 - V_2) \cdot V_3}{mV_4},$$

де V_1 — об'єм добавленого розчину азотнокислого срібла (4.3), см³, (див. 6.3.2);

V_2 — об'єм розчину роданистого калію (4.4), використаний на титрування, см³, (див. 6.3.2);

V_3 — об'єм розчину для аналізування, см³, (див. 6.3.1);

V_4 — об'єм розчину для аналізування використаний на титрування, см³, (див. 6.3.2);

m — маса наважки продукту, г (6.2).

Примітка 1. Якщо концентрація розчину роданистого калію не відповідає 0,1N, треба використати коригувальний фактор для V_2 під час обчислювання.

Примітка 2. Якщо визначання, зазначене у розділі 6, було виконано точно, $V_3 = 250$ см³, а $V_4 = 20$ см³, вищенаведена формула спрощується до:

$$\frac{7,30625(V_1 - V_2)}{m}.$$

За остаточний результат випробовування приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень за дотримання умов збіжності (7.2).

Результати виражають з точністю до двох десяткових знаків.

7.2 Збіжність результатів

Розбіжність між результатами двох визначень, проведених одночасно або послідовно одне за другим, одним і тим самим лаборантом на одній і тій самій аналітичній пробі, не повинно перевищувати 0,05 г хлориду натрію на 100 г продукту.

8 ОСОБЛИВИЙ ВИПАДОК — ПРОДУКТИ, ЯКІ МІСТЯТЬ В СОБІ АНТОЦІАНОВІ ПІГМЕНТИ

Антоціанові пігменти, які є в фільтраті, ускладнюють титрування, тому їх рекомендовано видалити, розкладаючи перманганатом.

Спосіб повинен бути доповнений такою процедурою:

8.1 Реактиви

Окрім реактивів, перерахованих у розділі 4:

8.1.1 Калій марганцевокислий, насичений розчин масової концентрації 6,5 г KMnO_4 на 100 см^3 води

8.1.2 Нітрит натрію або нітрит калію, кристалевий.

8.2 Випробовування

8.2.1 Випробовують відповідно до 6.1 по 6.3.1 включно.

8.2.2 Піпеткою (5.4) переносять 20 см^3 фільтрату F (6.3.1) в конічну колбу (5.5). Додають приблизно 20 см^3 азотної кислоти (4.2) та піпеткою відбирають точно 20 см^3 (V_1) розчину азотнокислого срібла (4.3).

Нагрівають до точки кипіння та обережно кип'ятять протягом 2—3 хв.

Порціями від $0,5 \text{ см}^3$ до 1 см^3 додають 5—10 см^3 розчину марганцевокислого калію (8.1.1), продовжуючи кип'ятити на слабому вогні. Рідина повинна стати безбарвною. Якщо цього не сталося, додають кілька кристалів азотнокислого натрію або калію доти (8.1.2), доки не отримують безбарвну рідину.

Після знебарвлення розчину його продовжують кип'ятити протягом 5 хв. Охолоджують. Додають 5 см^3 розчину заліза (III) та амонію сірчанокислого (4.5).

Продовжують випробовувати як зазначено в четвертому абзаці 6.3.2. (Додавати нітробензол не потрібно).

9 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

У протоколі випробовування повинно бути зазначено метод, який застосовують, і отримані результати. Треба також зазначити операції, які не передбачені цим міжнародним стандартом або розглядаються як необов'язкові, а також всі обставини, які можуть вплинути на результати.

Протокол випробовування повинен містити всю інформацію, яка необхідна для повної ідентифікації зразка.

Код УКНД 67.080.20

Ключові слова: продукти овочеві, хімічне аналізування, хлориди, визначання вмісту.

Редактор **О. Чихман**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Г. Верьовкіна**
Верстальник **В. Перехрест**

Підписано до друку 23.05.2005. Формат 60×84 1/8.
Ум.друк.арк. 0,93. Зам. . Ціна договірна.

Науково-редакційний відділ ДП «УкрНДНЦ»
01150, Київ, вул. Святошинська, 2