

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2010

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Метод определения бензойной кислоты

ГОСТ
28467—90Products of fruits and vegetables processing.
Method for determination of benzoic acid contentМКС 67.080.01
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки плодов и овощей и устанавливает фотометрический метод определения содержания бензойной кислоты.

Метод основан на отгонке бензойной кислоты из продукта водяным паром, взаимодействии ее с гидрохлоридом гидроксиламина и пероксидом водорода в присутствии ионов Si^{2+} с образованием окрашенного *o*-нитрозофенольного производного, интенсивность окраски которого измеряют фотометрически.

Предел обнаружения бензойной кислоты — $5 \cdot 10^{-3}$ %.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка их к испытанию — по ГОСТ 26671.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр с диапазоном измерения, позволяющим проводить исследования при длине волны 295 нм, с допускаемой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1 % с кварцевыми кюветами рабочей длиной 10 мм или колориметр фотоэлектрический лабораторный по НТД с пределами измерений оптической плотности от 0 до 2 и пределом допускаемой основной абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания не более ± 1 %, со светофильтром с длиной волны, соответствующей максимуму пропускания (315 ± 5) нм, и кварцевыми кюветами рабочей длиной 10 мм.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания до 200 г и пределами допускаемой погрешности не более $\pm 0,7500$ мг.

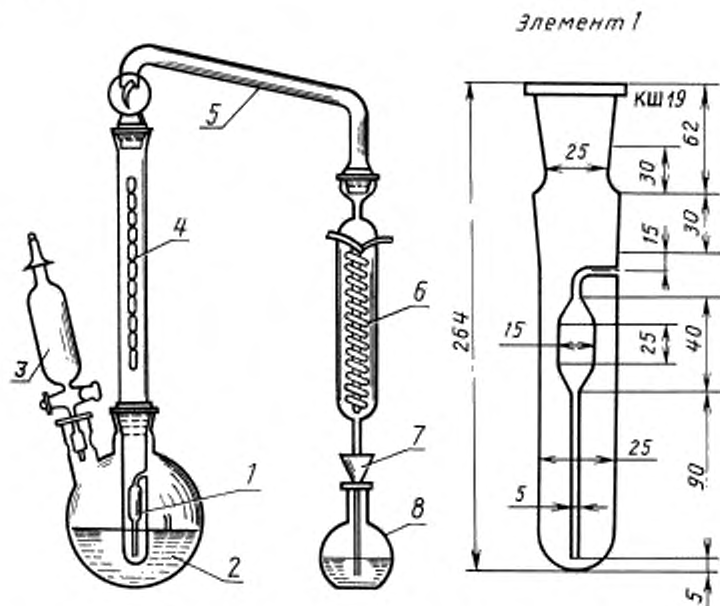
Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределами допускаемой погрешности не более ± 38 мг.

Установка для перегонки (см. чертеж), состоящая из:

- сосуда для перегонки;
- колбы круглодонной по ГОСТ 25336 типа КГУ-2 с взаимозаменяемым конусом и конусом центральной горловины $29/32$ вместимостью 1000 см³;
- воронки по ГОСТ 25336 типа ВД-2 с взаимозаменяемым конусом $14/23$ вместимостью 50 см³;
- дефлегматора по ГОСТ 25336 с взаимозаменяемыми конусами муфты $19/26$ и керна $19/26$ высотой наколов 300 мм;
- каплеуловителя по ГОСТ 25336 типа КО-19/26—100;
- холодильника по ГОСТ 25336 типа ХШ, ХСН или ХСВ с длиной кожуха 300 мм;

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001. С 1 января 2010 г. на территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.





1 — сосуд для перегонки; 2 — двугорлая колба; 3 — делительная воронка с краном;
4 — дефлегматор; 5 — каплеуловитель; 6 — холодильник; 7 — стеклянная воронка;
8 — мерная колба

- воронки стеклянной по ГОСТ 25336 с удлиненным концом и вложенным слоем ваты;
- колбы приемной — колбы мерной по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см³.
- Колбы мерные по ГОСТ 1770 с взаимозаменяемым конусом вместимостью 100 и 1000 см³.
- Пипетка с делениями по НТД исполнения 6 или 7 вместимостью 10 см³.
- Пипетки по НТД исполнения 4 или 5 вместимостью 1 и 2 см³.

Кусочки фарфора или стеклянные шарики.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830*, раствор массовой концентрации 250 г/дм³.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521, ч. д. а. или натрия бензоат, ч.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч. раствор с массовой долей 5 %, свежеприготовленный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. раствор с массовой долей 20 % и раствор $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,1$ моль/дм³.

Медь (II) сернистая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а., раствор с массовой концентрацией 5 г в 1 дм³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 20 %.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., раствор массовой концентрации 56 и 5,6 г/дм³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а., раствор массовой концентрации 200 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор массовой концентрации 49 г/дм³.

Магний сернистый 7-водный по ГОСТ 4523, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., титрованный раствор $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка установки

3.1.1. Установку для перегонки собирают в соответствии с чертежом.

3.1.2. При сборке установки смазка шлифов не допускается.

3.1.3. Режим нагревания регулируют так, чтобы установка обеспечивала получение 100 см³ отгона за 12—15 мин.

3.1.4. Проверяют герметичность установки следующим образом: в сосуд для перегонки вносят пипеткой 10 см³ раствора уксусной кислоты $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,1$ моль/дм³, добавляют 10 см³ воды.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2000.

Двугорлую колбу наполняют на $\frac{3}{4}$ объема раствором хлористого натрия и далее осуществляют отгонку, как указано в п. 4.1. После получения 100 см³ отгона определяют, путем титрования раствором гидроокиси натрия, содержание в нем уксусной кислоты, которое должно быть не меньше 99 % внесенного количества.

3.1.5. Допускается применение других установок, отвечающих требованиям пп. 3.1.2—3.1.4.

3.2. Приготовление основного раствора, соответствующего концентрации бензойной кислоты 100 мг/дм³

0,100 г бензойной кислоты растворяют в растворе гидроокиси калия массовой концентрации 5,6 г/дм³, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки тем же раствором щелочи или

0,118 г бензоата натрия растворяют в воде, количественно переносят водой в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

3.3. Построение градуировочного графика

3.3.1. Готовят шесть рабочих растворов. Для этого в семь конических колб вносят пипеткой 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ основного раствора бензойной кислоты или бензоата натрия и 2,0 см³ раствора гидроокиси калия массовой концентрации 5,6 г/дм³, доводят объем раствора в каждой колбе до 20 см³, добавляя пипеткой соответственно 18,0; 17,0; 16,0; 14,0; 12,0; 10,0 и 8,0 см³ воды. Полученные растворы содержат 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг бензойной кислоты.

3.3.2. Готовят раствор сравнения. Для этого в используемый рабочий раствор вносят пипеткой по 2,0 см³ раствора сернистой меди, раствора гидрохлорида гидроксиламина и раствора пероксида водорода, перемешивают и переносят в кювету измерительного прибора. Фотометрирование осуществляют через (15±3) мин от момента внесения реактивов, на длине волны 295 нм — при использовании спектрофотометра или при светофильтре с $\lambda_{\max} = (315\pm 5)$ нм — при использовании фотоэлектроколориметра. Контрольным раствором служит раствор сравнения, не содержащий бензойной кислоты.

3.3.3. По полученным данным строят градуировочный график в системе координат: оптическая плотность — масса бензойной кислоты в растворе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. В сосуд для перегонки помещают навеску продукта массой от 5 до 10 г густого или от 5 до 10 см³ жидкого продукта, добавляют 10 см³ раствора серной кислоты и 10 г сернистого магния. В мерную колбу-приемник вливают 10 см³ раствора гидроокиси калия массовой концентрации 5,6 г/дм³.

Отгонную колбу наполняют на $\frac{3}{4}$ объема раствором хлористого натрия и начинают нагревать при открытом кране. Через несколько минут после закипания жидкости в отгонной колбе кран закрывают и начинают отгонку, регулируя нагревание колбы так, чтобы объем жидкости в сосуде для перегонки был постоянным и равным примерно 20 см³.

Перегонку заканчивают после получения 100 см³ отгона в приемной колбе.

4.2. Контроль применяемых реактивов осуществляют методом отгонки с использованием воды вместо пробы продукта и добавлением всех реактивов, указанных в п. 4.1.

4.3. По 20 см³ отгона вносят пипеткой в две конические колбы. Затем в отгон добавляют пипеткой по 2,0 см³ растворов сернистой меди, гидрохлорида гидроксиламина и пероксида водорода, выдерживают и фотометрируют по п. 3.3.2.

В качестве контрольного используют раствор (см. п. 4.2) с добавлением растворов всех реактивов для получения окрашенного производного. Находят среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

4.4. По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу бензойной кислоты в исследуемом растворе.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю бензойной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 10^{-1},$$

где m_1 — масса бензойной кислоты, найденная по градуировочному графику, мг;

V_1 — объем полученного отгона ($V_1 = 100$ см³), см³;

m — масса навески продукта, г;

V_2 — объем отгона, используемого для фотометрирования ($V_2 = 20$ см³), см³.

5.2. Массовую концентрацию бензойной кислоты (X_1), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V_1}{V \cdot V_2} \cdot 10^3,$$

где V — объем пробы продукта, используемого для испытания, см³.

5.3. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое относительное расхождение между которыми не должно превышать 11 % ($P = 0,90$).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Рогачев, д-р техн. наук; **С.Ю. Гельфанд**, канд. техн. наук; **Т.Н. Медведева**, канд. техн. наук; **Э.В. Дьяконова**, канд. техн. наук; **А.И. Погосян**, канд. техн. наук; **В.Ю. Громаков**; **А.Э. Мельник**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 443

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 61—75	2	ГОСТ 10521—78	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 4165—78	2	ГОСТ 13830—97	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 4523—77	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 5456—79	2	ГОСТ 26313—84	1
ГОСТ 5556—81	2	ГОСТ 26671—85	1
ГОСТ 6709—72	2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2010 г.