

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

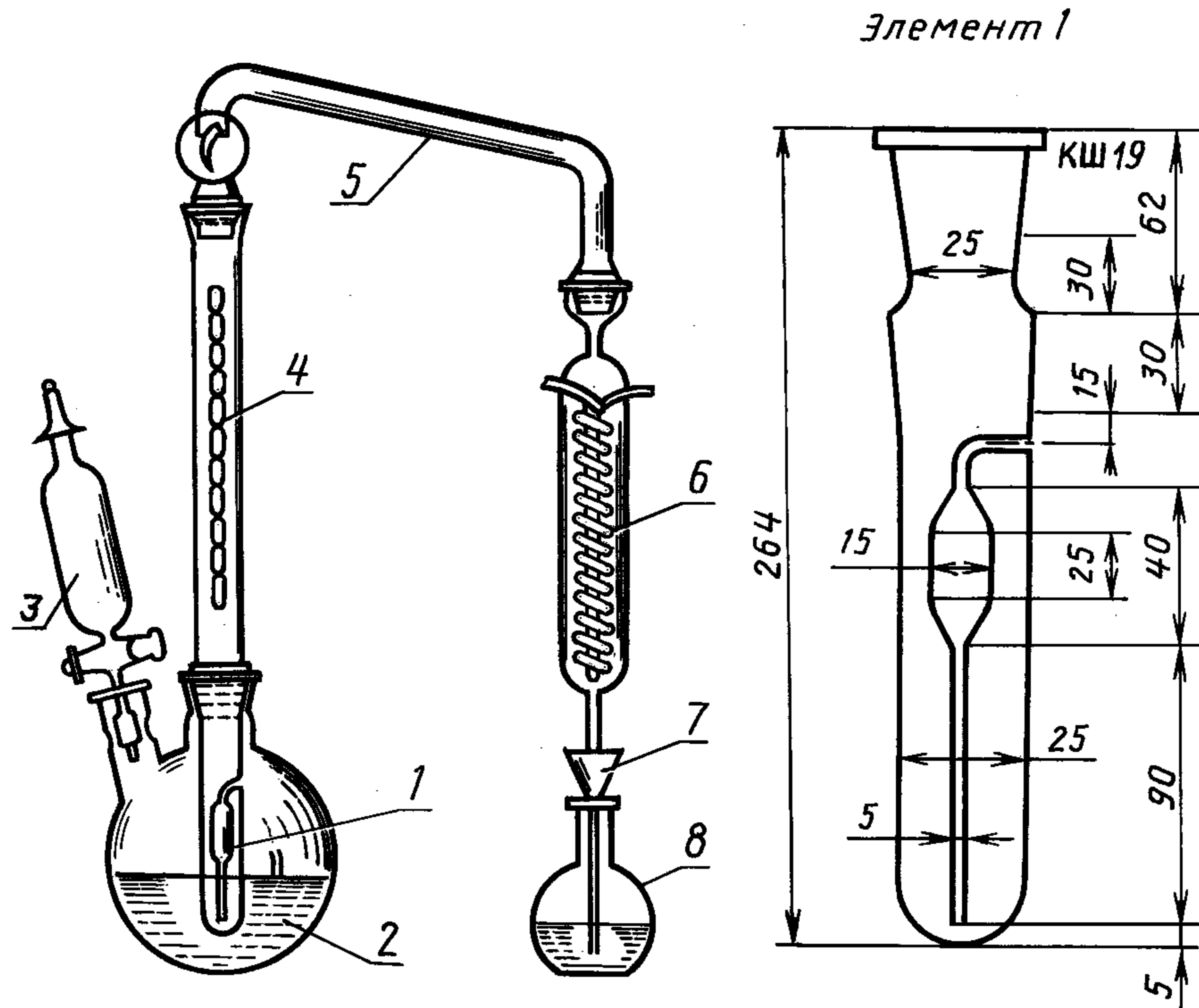
Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределами допускаемой погрешности не более ± 38 мг.

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 с (CH₃COOH) = 0,1 моль/дм³.

Медь (II) сернокислая 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 сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., титрованный раствор с (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 с (CH₃COOH) = 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 56 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 сернокислой 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 сернокислого магния.

В мерную колбу-приемник вливают 10 см³ раствора гидроокиси калия массовой концентрации 56 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 сернокислой 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 среднеарифметическое 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.

С. 4 ГОСТ 28467—90

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.