ГОСТ 23231—90

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОЛБАСЫ И ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ ВАРЕНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНОЙ АКТИВНОСТИ КИСЛОЙ ФОСФАТАЗЫ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.523.001.4:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОЛБАСЫ И ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ ВАРЕНЫЕ

Метод определения остаточной активности кислой фосфатазы

ГОСТ 23231—90

Sausages and cooked meat products.
Method for determination of residual activity of acid phosphatase

МКС 67.120.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт распространяется на вареные колбасы, сосиски, сардельки и вареные продукты из свинины и устанавливает метод определения остаточной активности кислой фосфатазы.

Метод основан на фотометрическом определении в продукте интенсивности развивающейся окраски, зависящей от остаточной активности кислой фосфатазы, выраженной массовой долей фенола.

Метод применяют в случае сомнения в проваренности продукта.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 9792.

1.2. Точечные пробы продуктов из свинины должны быть освобождены от жировой ткани и шкурки, а точечные пробы вареных колбас, сосисок и сарделек — от оболочки и шпика.

1.3. Для составления объединенной пробы точечные пробы соединяют, дважды измельчают на бытовой или электрической мясорубке и тщательно перемешивают.

Объединенную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200—400 $см^3$, заполнив ее полностью, и закрывают крышкой.

1.4. Объединенную пробу, подготовленную для испытания, хранят при температуре (4 ± 2) °С до окончания испытаний.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Потенциометр с погрешностью измерения ± 0,06 pH.

Калориметр фотоэлектрический лабораторный с устройством для отсчитывания значения оптической плотности и светофильтром с λ_{max}=(600 ± 10) нм или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра.

Ультратермостат или водяная баня, обеспечивающие регулирование температуры от 30 до 99 °С.

Воронки В-36—80 ХС, В-56—80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770, вымеренные на наливной объем.

Пипетки 4—2—1, 4—2—2, 7—2—5, 7—2—10 по ГОСТ 29169.

Холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Колба К-1—2000—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Пробирки П1—16—150 ХС, П1—21—200 ХС, П1—25—200 ХС по ГОСТ 25336.
Палочки стеклянные.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Груша резиновая.
Кислота лимонная по ГОСТ 3652, х. ч.
Натрий лимоннокислый 5-водный по ГОСТ 22280, ч. д. а.
Фенилфосфорной кислоты динатриевая соль по ТУ 6—09—3752, свежеприготовленный раствор 2 г/дм^3.
Кислота трихлоруксусная кристаллическая по ТУ 6—09—1926, растворы 50 и 200 г/дм^3.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., гранулированная, раствор c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Фенол по ТУ 6—09—5303, ч. д. а.
Толуол по ГОСТ 5789. ч. д. а.
Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289, х. ч.
Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931, ч. д. а.
Литий сернокислый 1-водный по ТУ 6—09—5299, х. ч.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х. ч., плотностью 1,72 г/см^3.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1,19 г/см^3.
Бром по ГОСТ 4109, х. ч.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов с качественными показателями не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление цитратного буфера

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в дистиллированной воде растворяют 13,88 г лимоннокислого натрия и 0,588 г лимонной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают, pH буфера 6,5. Затем добавляют 1 см^3 толуола. Раствор хранят в холодильнике при температуре (4 ± 1) °С не более 12 сут.

3.2. Приготовление реактива Фолина

100 г вольфрамовокислого натрия и 25 г молибденовокислого натрия растворяют в 700 см^3 дистиллированной воды. К раствору добавляют 50 см^3 ортофосфорной кислоты и 100 см^3 соляной кислоты. Смесь осторожно кипятят в течение 10 ч в колбе вместимостью 2000 см^3 с обратным холодильником, после чего охлаждают и добавляют 150 г сернокислого лития, 50 см^3 воды и несколько капель брома. Остаток брома отгоняют кипячением смеси без холодильника в вытяжном шкафу, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Реактив должен быть золотисто-желтого цвета без зеленого оттенка. Реактив хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте не более 6 мес.

3.3. Приготовление стандартного раствора

2 г фенола (результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят объем до метки и перемешивают. Отбирают пипеткой с помощью резиновой груши 5 см^3 раствора в колбу вместимостью 500 см^3, добавляют около 300 см^3 дистиллированной воды, вносят 25 г кристаллической трихлоруксусной кислоты. После растворения содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный раствор содержит 20 мкг фенола в 1 см^3.

3.4. Построение градуировочного графика

В пробирки вносят следующие объемы стандартного раствора: 0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 см^3, что соответствует массе фенола: 0; 5; 10; 20; 30; 40 мкг. Доводят объем в каждой пробирке до 2,5 см^3, добавляя соответствующий объем 50 г/дм^3 раствора трихлоруксусной кислоты (2,5; 2,25; 2,0; 1,5; 1,0; 0,5 см^3) и перемешивая. В каждую пробирку добавляют 5 см^3 0,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, перемешивают, выдерживают 10 мин и добавляют 1,5 см^3 реактива Фолина, разведенного дистиллированной водой в соотношении 1:2 и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов по отношению к 50 г/см^3 раствору трихлоруксусной кислоты на фотоэлектрическом калориметре с применением светофильтра с λ_{max}=(600 ± 10) нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 10 мм или на спектрофотометре при длине волны 600 нм в кювете аналогичного размера.

По полученным средним данным по трем стандартным растворам на миллиметровой бумаге размером 20×20 см строят градуировочный график. На оси абсцисс откладывают значение массовой доли фенола (микрограмм в 9 $см^3$ окрашенного раствора); на оси ординат — значение соответствующей оптической плотности (D). Градуировочный график должен проходить через начало координат. Пример градуировочного графика приведен в приложении.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. От объединенной пробы, подготовленной к испытанию, берут две навески массой по 1 г (результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака) и переносят в две пробирки (одна — контрольная, другая — опытная).

В пробирки вносят по 10 $см^3$ цитратного буфера pH 6,5, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и настаивают в течение 20 мин при комнатной температуре, периодически перемешивая.

В контрольную пробирку добавляют 5 $см^3$ 200 г/$дм^3$ раствора трихлоруксусной кислоты, перемешивают и добавляют 5 $см^3$ 2 г/$дм^3$ раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты, выдерживают 10 мин и фильтруют.

В опытную пробирку добавляют 5 $см^3$ 2 г/$дм^3$ раствора динатриевой соли фенилфосфорной кислоты и помещают в ультратермостат при температуре (39 ± 1) °С на 1 ч, затем добавляют 5 $см^3$ 200 г/$дм^3$ раствора трихлоруксусной кислоты, выдерживают 10 мин и фильтруют.

Для проведения цветной реакции из контрольной и опытной пробирок отбирают по 2,5 $см^3$ безбелкового фильтрата. Цветную реакцию проводят по п. 3.4.

Массовую долю фенола определяют по градуировочному графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю фенола X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 20 \cdot 100}{m \cdot 2{,}5 \cdot 10^6},$$

где m_1 — масса фенола в опытной пробирке, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_2 — масса фенола в контрольной пробирке, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса анализируемой пробы, г;

10^6 — коэффициент пересчета в граммы;

20 — разведение, $см^3$;

2,5 — объем фильтрата, отобранный для цветной реакции, $см^3$.

Вычисление проводят до четвертого десятичного знака.

5.2. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при $P = 0{,}95$ не должно превышать 10 % по отношению к среднеарифметическому.

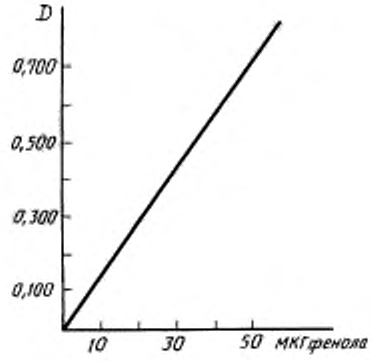
Окончательный результат определяют до третьего десятичного знака.

5.3. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, проведенных в двух разных лабораториях, при $P = 0{,}95$ не должно превышать 25 % по отношению к среднеарифметическому значению.

5.4. Значение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли фенола одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,0002 $\overline{X}$.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Пример градуировочного графика для определения массовой доли фенола с помощью фотоэлектрокалориметра



ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.06.90 № 1935

3. ВЗАМЕН ГОСТ 23231—78

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 18289—78	2
ГОСТ 3652—69	2	ГОСТ 20469—95	2
ГОСТ 4025—95	2	ГОСТ 22280—76	2
ГОСТ 4109—79	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 5789—78	2	ГОСТ 29169—91	2
ГОСТ 6552—80	2	ТУ 6—09—1926—77	2
ГОСТ 6709—72	2	ТУ 6—09—3752—74	2
ГОСТ 9792—73	1.1	ТУ 6—09—5299—86	2
ГОСТ 10931—74	2	ТУ 6—09—5303—86	2

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2009 г.

gost.e-ecolog.ru