НАЦИОНАЛЬНЫЕ СТАНДАРТЫ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Вниманию читателей!

Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» подготовил к изданию в 2010 году сборники национальных стандартов, скомплектованные по отраслевому (тематическому) принципу.

В сборники включаются официальные публикации стандартов со всеми изменениями и поправками, утвержденными (принятыми) на дату издания конкретного сборника.

В 2010 году выйдут в свет сборники стандартов по следующей тематике:

Зернобобовые культуры. Технические условия

Зерновые культуры. Технические условия

Изделия кондитерские. Методы анализа

Картофель, овощи, бахчевые культуры. Технические условия

Крупяные продукты. Технические условия. Методы анализа

Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской и хлебопекарной промышленности

Плоды косточковые. Технические условия

Продукты мясные. Методы анализа

Продукты переработки плодов и овощей. Методы анализа

Продукты переработки пшеницы. Макаронные изделия. Технические условия. Методы анализа

Продукты пищевые, консервы. Методы микробиологического анализа

Рыба живая, охлажденная и мороженая. Технические условия

Рыба и рыбные продукты. Методы анализа. Маркировка. Упаковка

Семена масличных культур

Соки. Технические условия. Методы анализа

Сырье и продукты пищевые. Методы определения токсичных элементов

Единая система конструкторской документации (ЕСКД)

Единая система программной документации (ЕСПД)

Единая система технологической документации (ЕСТД)

Система разработки и постановки продукции на производство

Болты с шестигранной головкой и шестигранные гайки диаметром до 48 мм. Конструкция и размеры

Нефть и нефтепродукты. Общие правила и нормы.

Трубы металлические и соединительные части к ним. Часть 2. Трубы нарезные

Трубы металлические и соединительные части к ним. Часть 4. Трубы из черных металлов и сплавов литые и соединительные части к ним. Основные размеры. Методы технологических испытаний труб

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

ГОСТ 8558.1—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРИТА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

УДК 637.525:543.344.06:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения нитрита

Meat products.
Methods for determination of nitrite

МКС 67.120.10
ОКСТУ 9209

ГОСТ
8558.1—78
Взамен
ГОСТ 8558—68
в части определения
нитрита

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на мясные продукты всех видов, при изготовлении которых применяют нитрит, а также рассолы и посолочные смеси и устанавливает методы определения нитрита.

Первый метод основан на реакции нитрита с N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлоридом и сильфаниламидом в обезбелоченном фильтрате и последующем фотоколориметрическом или визуальном определении интенсивности окраски.

При фотоколориметрическом определении интенсивности окраски метод соответствует международному стандарту ИСО 2918—75* и применяется при разногласиях в оценке качества.

Второй метод основан на реакции Грисса.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Пробы колбасных изделий, продуктов из свинины, говядины, баранины, мяса птицы отбирают по ГОСТ 9792**.

1.2. Пробы консервов отбирают по ГОСТ 8756.0.

1.3. Рассол для анализа отбирают в количестве 500 см^3.

1.4. Пробы посолочной смеси отбирают от 1 % упаковочных единиц (но не менее чем от трех единиц) общей массой не менее 500 г.

1.5. Пробы к анализу готовят следующим образом.

С колбасных изделий снимают оболочку; с фаршированных колбас и языков в шпике — поверхностный слой шпика и оболочку; с окороков, лопаток, рулетов, корейки и грудинки — поверхностный слой шпика; затем пробы дважды измельчают на мясорубке с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Продукты, состоящие из шпика с промежуточными слоями мышечной ткани (ветчина в форме, прессованный бекон и аналогичные им) измельчают полностью. Полученный фарш тщательно перемешивают, помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью от 200 до 400 см^3, заполнив ее, и закрывают крышкой.

1.6. Пробу хранят при (4±2) °С до окончания анализа.

Анализ проводят не позднее чем через 24 ч после отбора проб.

Пробу сырых продуктов анализируют сразу после измельчения.

Метод, основанный на реакции с реактивом N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлоридом

* Действует ГОСТ 29299—92.

** На территории Российской Федерации дополнительно действует ГОСТ Р 51447—99.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

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

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88*, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, второго класса точности.

Баня водяная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, 1—100—2 или 2—100—2; 1—200—2 или 2—200—2; 1—250—2 или 2—250—2; 1—500—2 или 2—500—2; 1—1000—2 или 2—1000—2.

Воронки по ГОСТ 25336, В-36—80, В-100—150 ХС.

Фильтры беззольные бумажные.

Фотоэлектроколориметр марок ФЭК-М, ФЭК-56, ФЭК-57.

Спектрофотометр СФ-4А.

Пипетки по НТД.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, ч. д. а.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, ч. д. а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199, ч. д. а.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., плотностью 1,19 г/см^3.

Стрептоцид белый (сульфаниламид).

N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорид.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Пробирки по ГОСТ 25336, П1—16—150 ХС.

Примечание. Допускается применять взамен отечественного оборудования, лабораторного химического стекла и реактивов соответствующие импортные. Импортные приборы должны быть аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.326** и иметь такие же метрологические характеристики.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Растворы для осаждения белков

3.1.1. Реактив Карреза 1. 106 г железистосинеродистого калия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 см^3. Реактив хранят в склянке из темного стекла не более месяца.

3.1.2. Реактив Карреза 2. 220 г уксуснокислого цинка и 30 см^3 ледяной уксусной кислоты растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 см^3. Реактив хранят не более месяца.

3.1.3. Насыщенный раствор буры. 50 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1000 см^3 теплой дистиллированной воды и охлаждают до (20±2) °С.

3.2. Растворы для проведения цветной реакции

3.2.1. Раствор 1. 2 г амида сульфаниловой кислоты растворяют в 400 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и доводят этим раствором кислоты до объема 1000 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

3.2.3. Раствор 2. 0,25 г N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорида растворяют в воде и добавляют до 250 см^3. Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике не более месяца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Стандартные растворы азотистокислого натрия

Для приготовления основного раствора азотистокислого натрия отвешивают навеску реактива, содержащую точно 1 г азотистокислого натрия, растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

** На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94 (здесь и далее).

Пример расчета. При использовании азотистокислого натрия х. ч. массу навески (X) в граммах вычисляют по формуле

$$X = \frac{100 \cdot 1}{99} = 1{,}0101,$$

где 99 — масса основного вещества в 100 г реактива.

Для приготовления рабочего раствора 25 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Из полученного рабочего раствора готовят серию стандартных растворов: 2; 5 и 10 см³ рабочего раствора пипеткой вносят в три мерные колбы вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Полученные стандартные растворы содержат в 1 см³ соответственно 1,0; 2,5 и 5,0 мкг азотистокислого натрия.

Готовят три серии стандартных растворов, начиная каждый раз с приготовления основного раствора из новой навески азотистокислого натрия.

Стандартные растворы азотистокислого натрия не стойки, поэтому их готовят непосредственно перед построением градуировочного графика.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Построение градуировочного графика

3.4.1. В четыре мерные колбы вместимостью 100 см³ пипеткой вносят: в первую колбу для приготовления раствора сравнения 10 см³ воды, а в остальные по 10 см³ стандартных растворов, содержащих 1,0; 2,5 и 5,0 мкг азотистокислого натрия в 1 см³ раствора.

3.4.2. В каждую колбу добавляют по 50 см³ воды; 10 см³ раствора 1 для проведения цветной реакции. Растворы в колбах перемешивают и выдерживают в темном месте 5 мин. Добавляют 2 см³ раствора 2 для проведения цветной реакции, перемешивают и выдерживают в темном месте при (20±2) °С 3 мин.

Растворы в колбах доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют интенсивность красной окраски на спектрофотометре при длине волны 538 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см в отношении раствора сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.3. По полученным средним данным из трех стандартных растворов строят на миллиметровой бумаге размером 25×25 см градуировочный график.

На оси абсцисс откладывают концентрацию азотистокислого натрия (в мкг в 1 см³ окрашенного раствора); на оси ординат — соответствующую оптическую плотность.

Градуировочный график должен проходить через начало координат. Пример градуировочного графика приведен в приложении.

3.5. Приготовление растворов сравнения нитрита

3.5.1. 5 см³ рабочего раствора, приготовленного по п. 3.3, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного стандартного раствора содержит 2,5 мкг азотистокислого натрия.

3.5.2. Для приготовления стандартных эталонов в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ пипеткой вносят следующие количества раствора сравнения, приготовленного в п. 3.5.1: в первую колбу — 2 см³, во вторую — 4 см³, в третью — 6 см³, в четвертую — 7 см³, в пятую — 8 см³, в шестую — 10 см³ и в седьмую — 11 см³. Последовательно в каждую колбу добавляют по 50 см³ дистиллированной воды, 10 см³ раствора 1 и выдерживают колбы в темном месте 5 мин. Затем добавляют по 2 см³ раствора 2 и снова выдерживают в темном месте 3 мин, после чего объемы растворов в колбах доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Полученные растворы сравнения содержат соответственно 0,050; 0,100; 0,150; 0,175; 0,200; 0,250 и 0,275 мкг азотистокислого натрия в 1 см³ раствора.

3.5.3. В семь пробирок одинакового диаметра из бесцветного стекла наливают растворы сравнения азотистокислого натрия.

Растворы сравнения не стойки, поэтому их готовят из основного раствора непосредственно перед определением.

3.5.2, 3.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение нитрита с помощью фотоэлектроколориметра

4.1.1. В мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают 10 г подготовленной к анализу пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,001 г, добавляют последовательно 5 см³ насыщенного раствора буры и 100 см³ воды температурой (75±2) °С.

Колбу с содержимым нагревают на кипящей водяной бане 15 мин, периодически встряхивая, затем охлаждают до (20±2) °С и, тщательно перемешивая, последовательно добавляют по 2 см³ реактива Карреза 1 и реактива Карреза 2, доводят до метки и выдерживают 30 мин при (20±2) °С. Затем содержимое колбы фильтруют через складчатый фильтр.

Полученный обезбелоченный фильтрат вносят в количестве не более 20 см³ пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³ и проводят цветную реакцию и фотометрирование по п. 3.4.2, используя вместо стандартных растворов вышеуказанное количество обезбелоченного фильтрата.

Параллельно проводят контрольный опыт на реактивы, помещая в мерную колбу вместимостью 200 см³ вместо 10 г пробы 10 см³ воды.

Если полученная оптическая плотность превышает максимальную оптическую плотность на градуировочном графике, то цветную реакцию проводят с меньшим количеством фильтрата.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.1.2. Обработка результатов

Массовую долю нитрита (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{M_1 \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot v \cdot 10^6},$$

где M_1 — массовая концентрация нитрита натрия, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

m — навеска продукта, г;

v — количество фильтрата, взятое для фотоколориметрического измерения, см³;

10^6 — коэффициент перевода в граммы.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и вычисляют с точностью до 0,0001 %.

Предел возможных значений относительной погрешности измерений — 2 % при вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1.3. Контроль точности измерений анализа

Расхождение между двумя параллельными определениями (т. е. выполненными одним аналитиком одновременно или непосредственно одно за другим) не должно превышать 0,0002 %.

Расхождение между результатами, полученными в двух разных лабораториях, не должно превышать 0,0004 %.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.1а. Визуальное определение предельно допустимого содержания нитрита с помощью растворов сравнения.

4.1а.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 10 см³ обезбелоченного фильтрата, полученного по п. 4.1.1, последовательно добавляют 50 см³ дистиллированной воды, 10 см³ раствора 1 и выдерживают в темном месте 5 мин. Затем добавляют 2 см³ раствора 2 и снова выдерживают в темном месте 3 мин, после чего объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Испытуемый окрашенный раствор наливают в пробирку из бесцветного стекла, имеющую такой же диаметр, как и пробирка для раствора сравнения (п. 3.5.3). Сравнение интенсивности окраски испытуемого раствора с окраской раствора сравнения производят визуально на фоне листа белой бумаги.

4.1а, 4.1а.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4.1а.2. Обработка результатов

Массовая доля нитрита в процентах (при навеске 10 г и объеме фильтрата 10 см³) указана в таблице.

Номер пробирки	Массовая концентрация нитрита в растворе сравнения, мкг/см³	Массовая доля нитрита, %
1	0,050	0,001
2	0,100	0,002
3	0,150	0,003
4	0,175	0,0035
5	0,200	0,004
6	0,250	0,005
7	0,275	0,0055

Массовую долю нитрита (X_2) при других разведениях в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{E \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot v \cdot 10^6},$$

где E — массовая концентрация нитрита в растворе сравнения, который по интенсивности окраски соответствует испытуемому раствору, мкг/см³;

M — навеска, г;

v — количество обезбелоченного фильтрата, взятое для испытания, см³;

10^6 — коэффициент перевода в граммы.

Для продуктов с допустимым содержанием нитрита не более 0,003 % интенсивность окраски испытуемого раствора не должна превышать интенсивности окраски раствора сравнения азотистокислого натрия с содержанием нитрита 0,150 мкг в 1 см³ раствора, для продуктов с допустимым содержанием нитрита не более 0,005 % — 0,250 мкг в 1 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Определение нитрита в рассоле

4.2. 25 см³ испытуемого рассола переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем до метки водой и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят не более 20 см³ разведенного рассола и далее проводят анализ, как указано в п. 3.4.2 или в п. 4.1а.

Массовую долю нитрита (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{M_2 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{25 \cdot v \cdot d \cdot 10^6},$$

где M_2 — массовая концентрация нитрита, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

v — объем фильтрата, взятый для фотоколориметрического измерения, см³;

d — плотность рассола, г/см³;

10^6 — коэффициент перевода в граммы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Определение нитрита в посолочной смеси

4.3. 2,5 г испытуемой посолочной смеси взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, полностью растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и, перемешивая, доводят объем до метки. В мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят не более 20 см³ полученного раствора и далее проводят анализ, как указано в п. 3.4.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. МЕТОД, ОСНОВАННЫЙ НА РЕАКЦИИ ГРИССА

5.1. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, второго класса точности.

Баня водяная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, 1—100—2 или 2—100—2; 1—200—2 или 2—200—2; 1—250—2 или 2—250—2; 1—500—2 или 2—500—2; 1—1000—2 или 2—1000—2.

Колбы конические по ГОСТ 25336, Кн-1—100—36 или Кн-2—100—36ТХС.

Воронки по ГОСТ 25336, В-36—80, В-100—150 ХС.

Цилиндры по ГОСТ 1770, 1—50 или 3—50.

Стаканы по ГОСТ 25336, В-1—100 или Н-1—100, В-1—250 или Н-1—250 ТХС.

Фильтры обеззоленные бумажные.

Фотоэлектроколориметр марок ФЭК-М, ФЭК-56, ФЭК-57 или КФК-2.

Спектрофотометр СФ-4А.

Пипетки по НТД.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор c (CH_3COOH)=2,0 моль/дм^3.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, ч.д.а. или х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., плотностью 1,19 г/см^3, раствор c (HCl)=0,1 моль/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор c (NH_3)=3,0 моль/дм^3.

Кислота сульфаниловая безводная, по ГОСТ 5821, ч.д.а. или х.ч. α-нафтиламин.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор c (NaOH)=0,1 моль/дм^3.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, раствор 4,5 г/дм^3.

Пыль цинковая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вата медицинская по ГОСТ 5556.

Примечание. Допускается применять взамен отечественного оборудования, лабораторного стекла и реактивов соответствующие импортные. Импортные приборы должны быть аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.326 и должны иметь также метрологические характеристики.

5.2. Подготовка к анализу

5.2.1 Растворы для проведения цветной реакции

Раствор 1. 0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 см^3 раствора уксусной кислоты.

Раствор 2. 0,2 г α-нафтиламина кипятят с 20 см^3 воды, раствор фильтруют и прибавляют к фильтрату 180 см^3 раствора уксусной кислоты. Раствор хранят в темной склянке.

Реактив Грисса. Смешивают равные объемы растворов 1 и 2. В случае появления при смешивании растворов розовой окраски добавляют цинковую пыль, взбалтывают и фильтруют. Реактив Грисса готовят непосредственно перед анализом.

5.2.2. Стандартные растворы азотистокислого натрия

Для приготовления основного раствора отвешивают навеску азотистокислого натрия, содержащую 1 г основного вещества.

Пример расчета. При использовании азотистокислого натрия ч.д.а. массу навески (X_4) в граммах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{100 \cdot 1}{98} = 1{,}0204,$$

где 98 — количество основного вещества, содержащегося в 100 г реактива.

Навеску переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Для приготовления рабочего раствора 10 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят водой до метки.

Для приготовления образцового раствора 5 см^3 рабочего раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки. 1 см^3 образцового раствора содержит 0,001 мг (или 1 мкг) азотистокислого натрия.

5.3. Построение градуировочного графика

5.3.1. В шесть мерных колб вместимостью по 100 см^3 каждая пипеткой вносят рабочий раствор: 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см^3. В первую колбу рабочий раствор не вносят, используя ее как контрольную.

5.3.2. В каждую колбу добавляют 5 см^3 раствора аммиака, 10 см^3 раствора соляной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают. В конические колбы вместимостью 100 см^3 пипеткой переносят по 15 см^3 приготовленных растворов, 15 см^3 реактива Грисса и после 15 мин выдержки при комнатной температуре измеряют интенсивность розовой окраски на спектрофотометре при

длине волны 538 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (№ 6) в кювете толщиной поглощающего свет слоя 2 см в отношении раствора сравнения.

5.3.3. Готовят три серии стандартных растворов, начиная каждый раз с приготовления основного раствора из новой навески азотистокислого натрия.

5.3.4. По полученным средним данным из трех стандартных растворов строят на миллиметровой бумаге размером 25×25 см градуировочный график. На оси абсцисс откладывают массовую концентрацию нитрита натрия, мкг/см^3, на оси ординат — соответствующие оптические плотности. Градуировочный график должен проходить через начало координат.

5.4. Проведение анализа

20 г пробы, подготовленной к анализу, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают в химический стакан. Заливают 35—40 см^3 дистиллированной воды, нагретой до (55±2) °С, и настаивают, периодически перемешивая, в течение 10 мин. Затем вытяжку фильтруют через ватный фильтр в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Навеску несколько раз промывают и переносят на фильтр, где еще промывают водой, затем раствор охлаждают и доводят водой до метки.

Для приготовления вытяжки из сырокопченых продуктов из свинины, баранины, говядины и сырокопченых колбас навеску 20 г заливают 200 см^3 предварительно отмеренной и нагретой до (55±2) °С дистиллированной воды и настаивают, периодически помешивая, в течение 30 мин. Затем вытяжку фильтруют через ватный фильтр, не перенося осадка на фильтр.

20 см^3 вытяжки помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора гидроокиси натрия и 40 см^3 раствора сернокислого цинка для осаждения белков. Смесь в колбе нагревают 7 мин на кипящей водяной бане, после чего охлаждают, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через обеззоленный бумажный фильтр.

Параллельно проводят контрольный анализ на реактивы, помещая в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вместо 20 см^3 вытяжки 20 см^3 дистиллированной воды.

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5 см^3 прозрачного фильтрата, полученного после осаждения белков, 1 см^3 раствора аммиака, 2 см^3 раствора соляной кислоты, 2 см^3 дистиллированной воды и, для усиления окраски, 5 см^3 образцового раствора азотистокислого натрия, содержащего 1 мкг в 1 см^3. Затем в колбу приливают 15 см^3 реактива Грисса и через 15 мин измеряют интенсивность окраски на спектрофотометре при длине волны 538 нм или на фотоколориметре с зеленым светофильтром (№ 6) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 см в отношении раствора сравнения.

5.5. Обработка результатов

Массовую долю нитрита (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{M_1 \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 30}{m \cdot 20 \cdot 5 \cdot 10^6},$$

где M_1 — массовая концентрация нитрита натрия, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

m — масса навески продукта, г;

10^6 — коэффициент перевода в граммы.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений и вычисляют с точностью до 0,0001 %. Предел возможных значений относительной погрешности измерений — 2 % при вероятности 0,95.

5.6. Контроль точности измерений

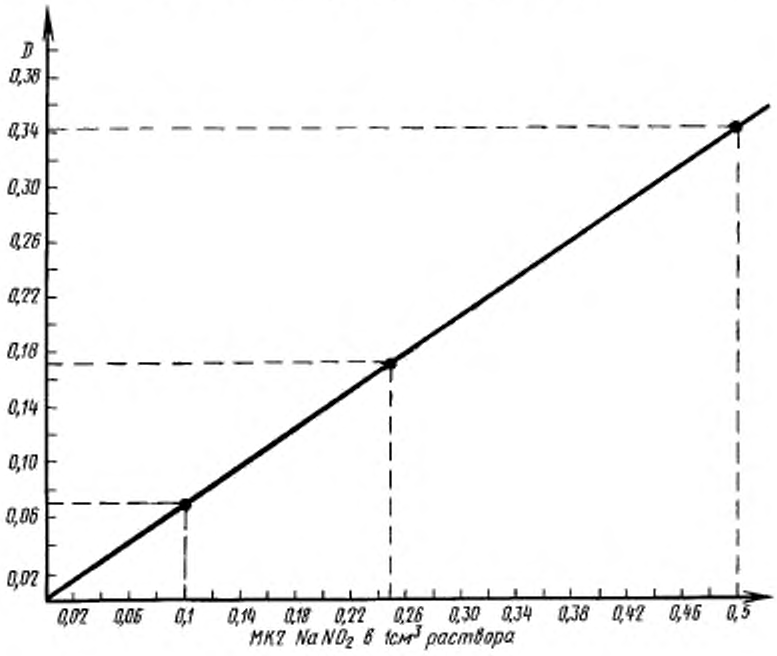
Расхождение между двумя параллельными определениями (т. е. выполненными одним аналитиком одновременно или непосредственно одно за другим) не должно превышать 0,0002 %.

Расхождение между результатами, полученными в двух разных лабораториях, не должно превышать 0,0004 %.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

Пример градуировочного графика для определения содержания нитрита с помощью фотоэлектроколориметра марки ФЭК-56 с зеленым светофильтром № 6, кювета 1 см



ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством мясной и молочной промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.11.78 № 3003

3. Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 2918—75

4. ВЗАМЕН ГОСТ 8558.1—78 в части определения нитрита

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.326—89	2, 5.1	ГОСТ 4328—77	5.1
ГОСТ 61—75	2, 5.1	ГОСТ 5556—81	5.1
ГОСТ 1770—74	2, 5.1	ГОСТ 5821—78	5.1
ГОСТ 3118—77	2, 5.1	ГОСТ 5823—78	2
ГОСТ 3760—79	2, 5.1	ГОСТ 6709—72	2, 5
ГОСТ 4025—95	2, 5.1	ГОСТ 8756.0—70	1.1
ГОСТ 4174—77	2, 5.1	ГОСТ 9792—73	1.1
ГОСТ 4197—74	2, 5.1	ГОСТ 20469—95	2, 5
ГОСТ 4199—76	2	ГОСТ 24104—88	2, 5.1
ГОСТ 4207—75	2	ГОСТ 25336—82	2, 5

6. Снято ограничение срока действия по протоколу № 3-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ (январь 2010 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в мае 1980 г., сентябре 1985 г. (ИУС 8—80, 12—85)