ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53599— 2009

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МЯСА ПТИЦЫ

Методы определения массовой доли кальция, размеров и массовой доли костных включений

Издание официальное

БЗ 8—2009/482

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт птицеперерабатывающей промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ «ВНИИПП» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 116 «Продукты переработки птицы, яиц и сублимационной сушки»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 912-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2010

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ МЯСА ПТИЦЫ

Методы определения массовой доли кальция, размеров и массовой доли костных включений

Products of processed poultry meat.
Methods for determination of calcium mass fraction and dimensions and mass fraction of bone particles

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки мяса птицы (мясо птицы механической обвалки, фарши, паштеты, бескостные и рубленые полуфабрикаты, кулинарные и колбасные изделия, фаршевые консервы) и устанавливает метод определения массовой доли кальция с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии, микроскопический метод определения размеров костных включений и гравиметрические методы определения массовой доли костных включений и массовой доли костных включений, размер которых больше заданного (нормируемого) значения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51568—99 (ИСО 33101-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 52197—2003 Мясо и мясные продукты для детского питания. Метод определения размеров костных частиц

ГОСТ Р 52417—2005 Мясо птицы механической обвалки. Методы определения массовой доли костных включений и кальция

ГОСТ Р 53597—2009 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ 8.211—84 Государственная система обеспечения единства измерений. Микрометры окулярные винтовые. Методы и средства проверки

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.054—81 Система стандартов безопасности труда. Установки ацетиленовые. Требования безопасности

ГОСТ 166—89 (ИСО 3599—76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3361—75 Окуляры и тубусы микроскопов. Присоединительные размеры

ГОСТ 4140—74 Реактивы. Стронций хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4288—76 Изделия кулинарные и полуфабрикаты из рубленого мяса. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 4380—93 Микрометры со вставками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9284—75 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 9792—73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **размер костной частицы:** Длина частицы, в направлении ее наибольшей протяженности в миллиметрах.

4 Диапазоны измерений и метрологические характеристики методов

4.1 Метрологические характеристики методов

Метрологические характеристики методов при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерений, %	Границы относительной погрешности, ± δ %	Предел повторяемости $r_{отн}$, % (n = 2)	Критическая разность $CD_{отн.0,95}$, % ($n_1 = n_2$ = 2)
Массовая доля костных включений	От 0,1 до 0,2 включ.	61	22	85
	Св. 0,2 до 0,3 включ.	40	15	55
	Св. 0,3 до 0,6 включ.	30	11	41
	Св. 0,6	21	7	28
Массовая доля кальция	Метод сухой минерализации пробы			
	От 0,05 до 0,1 включ.	35	25	47
	Св. 0,1 до 0,2 включ.	31	17	41
	Св. 0,2 до 0,5 включ.	28	12	39
	Метод кислотной минерализации пробы			
	От 0,05 до 0,1 включ.	46	30	61
	Св. 0,1 до 0,2 включ.	32	20	43
	Св. 0,2 до 0,5 включ.	28	14	39
Массовая доля костных включений, размер которых превышает заданное (нормируемое) значение (минимально определяемый размер костных включений 0,3 мм)	От 1,0 до 5,0 включ.	33	20	45
	Св. 5,0 до 10 включ.	25	14	34
	Св. 10,0	21	10	28

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор и подготовка проб полуфабрикатов — по ГОСТ Р 53597, кулинарных изделий из мяса птицы — по ГОСТ 4288, колбасных изделий — по ГОСТ 9792, фаршевых консервов — по ГОСТ 8756.0, мяса птицы механической обвалки — по ГОСТ Р 52417.

5.2 Представительная объединенная проба должна быть массой не менее 500 г, без повреждений и изменений свойств при транспортировании. Допускается хранение пробы при температуре не выше минус 12 °С не более 30 сут.

6 Гравиметрический метод определения массовой доли костных включений, размер которых превышает заданное (нормируемое) значение

6.1 Сущность метода заключается в растворении мышечной, соединительной и жировой ткани с помощью обработки пробы продукта переработки мяса раствором щелочи и отделении костных частиц фильтрованием с последующим их высушиванием и измерением массы.

6.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,02 и ± 0,0002 г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (103 ± 2) °С.

Баня водяная.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-250 ТСХ по ГОСТ 25336.

Бюксы металлические с крышками диаметром 50 и высотой 35—40 мм или стаканчики для взвешивания типа СН по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные диаметром 100 или 150 мм по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100 по ГОСТ 1770.

Чашка выпарительная фарфоровая 3 по ГОСТ 9147.

Ступка фарфоровая 3 по ГОСТ 9147.

Ареометр стеклянный по ГОСТ 18481.

Палочка стеклянная.

Фильтры диаметром 12—15 см из обеззоленной быстрофильтрующей фильтровальной бумаги [1].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в 6.2.

6.3 Подготовка к проведению измерений

6.3.1 Заправка эксикатора

На дно чистого и просушенного эксикатора помещают прокаленный хлористый кальций или концентрированную серную кислоту. Хлористый кальций прокаливают не реже одного раза в месяц. Прокаливание проводят нагреванием в фарфоровой чашке на электроплитке до получения сухого вещества, которое измельчают пестиком на куски и помещают в эксикатор или стеклянную посуду с притертой пробкой.

Плотность концентрированной серной кислоты проверяют ареометром. Если плотность серной кислоты менее 1,84 г/см^3, то ее заменяют.

6.3.2 Подготовка фильтров и бюксов

Фильтры и чистые бюксы с крышками высушивают в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе. Перед проведением испытаний фильтры и бюксы с крышками хранят в эксикаторе.

6.3.3 Приготовление раствора гидроокиси калия массовой долей 2 %

Навеску гидроокиси калия массой (20,0 ± 0,1) г растворяют в 980 см^3 дистиллированной воды, охлаждают и хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения раствора гидроокиси калия при комнатной температуре — не более 60 сут.

6.3.4 Подготовка пробы к испытанию

6.3.4.1 Замороженные образцы размораживают при температуре от 4 °С до 8 °С.

Консервы вскрывают, содержимое переносят полностью в фарфоровую чашку и перемешивают. Образцы продуктов в оболочке (тестовой, колбасной и др.) освобождают от оболочки, объединенные мясные части помещают в фарфоровую чашку с помощью шпателя, с помощью скальпеля и ножниц измельчают на мелкие куски размером не более 4 мм и перемешивают шпателем до однородной массы. Образцы паштетов, продуктов из рубленого мяса, фарша (в случае продуктов в оболочке или фаршированных продуктов — после отделения немясной части) помещают в фарфоровую чашку и тщательно перемешивают. Приготовленные образцы помещают в стеклянную емкость, плотно закрывают крышкой и хранят при температуре не выше 4 °С до окончания испытания. Подготовку проб мяса птицы механической обвалки проводят по ГОСТ Р 52417.

6.3.4.2 В стакане вместимостью 250 см^3 взвешивают с точностью 0,01 г навеску пробы, приготовленной по 5.3.4.1, массой приблизительно 50 г, добавляют с помощью мерного цилиндра 100 см^3 водного раствора гидроокиси калия массовой долей 2 % и тщательно перемешивают до образования однородной массы без крупных кусков.

6.3.4.3 Стакан помещают в кипящую водяную баню и нагревают при периодическом перемешивании в течение примерно от 1,0 до 1,5 ч до исчезновения в растворе кусочков тканей и образования на поверхности раствора слоя нерастворившейся соединительной ткани или других ингредиентов продукта.

6.3.4.4 Стакан вынимают из водяной бани и оставляют для отстаивания примерно на 10 мин. Затем верхнюю часть раствора с плавающими в нем кусочками нерастворившейся соединительной ткани или ингредиентами осторожно декантируют и отбрасывают. К остатку добавляют чистый раствор гидроокиси калия массовой долей 2 % так, чтобы уровень раствора в стакане совпадал примерно с уровнем раствора до декантации, и снова нагревают на кипящей водяной бане. Добавление раствора гидроокиси калия, нагрев, отстаивание и декантацию повторяют до полного растворения мышечной и жировой тканей и удаления соединительной ткани (окончательный раствор должен быть прозрачным

или слегка мутным и не содержать видимых нерастворившихся частиц). Костный остаток, выделенный из пробы мяса, накапливается на дне стакана.

6.3.4.5 Раствор гидроокиси калия осторожно сливают, не допуская попадания костных частиц на стенки стакана, и костный остаток промывают в стакане дистиллированной водой тремя-четырьмя порциями по 10—15 см^3.

6.3.4.6 Костный остаток с помощью дистиллированной воды количественно переносят из стакана на фильтр, предварительно взвешенный вместе с бюксом и крышкой с точностью 0,0001 г, и отфильтровывают. После фильтрования осматривают на фильтре костные частицы — по внешнему виду они должны быть однородного белого цвета. Частицы и волокна нерастворившихся тканей осторожно удаляют с фильтра.

6.4 Проведение измерений

6.4.1 Фильтр с костным остатком помещают в бюкс. Открытый бюкс с фильтром и костным остатком и крышку устанавливают в предварительно нагретый до температуры (103 ± 2) °С сушильный шкаф и высушивают до постоянной массы. Первое измерение массы проводят через 1 ч: бюкс вынимают из сушильного шкафа, быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью 1 мг, с отсчетом массы до 0,1 мг. Следующие измерения массы проводят после сушки в течение 30 мин, которую повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последних измерений массы будет не более 1 мг.

6.5 Обработка результатов

Массовую долю костных включений X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = 100\,\frac{m_1 - m_2}{m}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса бюкса с фильтром и костными включениями, г;
m_2 — масса бюкса с фильтром, г;
m — масса пробы продукта переработки мяса птицы, взятой для испытания, г.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое результатов, полученных для двух повторных проб, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)}\,100 \le r_{отн}, \qquad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты измерений для двух повторных проб массовой доли костных включений, %;
$r_{отн}$ — относительный предел повторяемости, % (см. таблицу 1).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода ($n_1 = n_2 = 2$), на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости:

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{отн.0,95}0{,}01X_{ср}, \qquad (3)$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ — среднеарифметические значения результатов измерений массовой доли костных включений, полученных в двух разных лабораториях, %;
$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение окончательных результатов измерений массовой доли костных включений $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$, полученных в двух разных лабораториях, %;
$CD_{отн.0,95}$ — критическая разность для двух среднеарифметических значений (окончательных результатов измерений), полученных в двух разных лабораториях, % (см. таблицу 1).

6.6 Оформление результатов

Результат измерений представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \qquad (4)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли костных включений для двух повторных проб, признанных приемлемыми по формуле (2), %;
Δ — граница абсолютной погрешности при $P = 0{,}95$, %, вычисляемая по формуле

$$\Delta = \frac{\delta}{100} \cdot \overline{X}, \quad (5)$$

$\pm\,\delta$ — границы относительной погрешности, % (см. таблицу 1).

Значение Δ вычисляют с округлением до двух значащих цифр. Среднеарифметическое значение $\overline{X}$ округляют до цифры того же разряда, что и последняя значащая цифра границы абсолютной погрешности Δ.

7 Метод определения размеров костных включений и массовой доли костных включений, размер которых превышает заданное (нормируемое) значение

7.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в выделении костных частиц из пробы химическим методом согласно разделу 5, отделении с помощью лабораторного сита фракции частиц с размерами больше заданного (нормируемого) значения и измерении массовой доли этой фракции и максимального размера частиц.

7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства

Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы по 5.2.

Микроскоп биологический световой.

Линейка металлическая по ГОСТ 427.

Штангенциркуль с диапазоном измерения 0—125 мм и значением отсчета по нониусу 0,1 мм по ГОСТ 166.

Окуляр-микрометр со шкалой 1 мм и ценой деления 0,01 мм по ГОСТ 3361 или ГОСТ 8.211.

Объект-микрометр со шкалой 1 мм и ценой деления 0,01 мм по ГОСТ 4380.

Набор лабораторных сит из металлической проволоки с номинальным размером ячеек от 250 мкм до 2 мм по ГОСТ Р 51568 и диаметром обечайки не более 200 мм.

Лупа просмотровая кратностью увеличения 5^x или более по ГОСТ 25706.

Иглы или остро заточенные палочки.

Пинцет.

Стекла предметные для микропрепаратов по ГОСТ 9284.

7.3 Подготовка к проведению измерения

7.3.1 Подготовка пробы

Костные частицы выделяют из двух параллельных проб массой по 50 г в соответствии с 6.3.4, высушивают до постоянной массы согласно 6.4.1 и объединяют.

7.3.2 Выбор сита

Размер ячеек сетки из металлической проволоки выбирают равным заданному (нормируемому) размеру костных частиц. Если среди сеток со стандартными размерами ячеек по ГОСТ Р 51568 такие отсутствуют, то выбирают сетку с ближайшим номинальным размером ячеек.

7.4 Проведение измерений

Пробу костных частиц, приготовленных по 7.3.1, взвешивают с точностью $\pm$ 0,0002 г и просеивают через сито по 7.3.2. Проход через сито собирают на лист чистой бумаги и осматривают через лупу. С помощью пинцета, иглы или другого остро заточенного предмета отбирают визуально или с помощью линейки (штангенциркуля) костные частицы, размер которых заведомо больше заданного (нормируемого) значения (обычно через сито «проскакивают» тонкие удлиненные костные частицы). Если заданный (нормируемый) размер частиц менее 1 мм, то оставшиеся костные частицы осматривают под световым микроскопом в соответствии с ГОСТ Р 52197 с использованием специального окуляр-микрометра и с помощью иглы отбирают частицы, размер которых превышает заданный (нормируемый).

Отобранные визуально и под световым микроскопом костные частицы объединяют с частицами, оставшимися на сите, и взвешивают с точностью $\pm$ 0,0002 г.

Для определения максимального размера из остатка на сите визуально (при размере частиц более 1 мм) или под световым микроскопом отбирают наиболее крупные частицы и измеряют их размер с помощью штангенциркуля (размер частиц более 1 мм) или окуляр-микрометра.

7.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю костных включений X_2, %, размер которых превышает заданное (нормируемое) значение, рассчитывают по формуле

$$X_2 = 100 \cdot \frac{M}{M_1}, \quad (6)$$

где M — масса костных частиц, не прошедших через сито, и частиц, отобранных по размеру из прохода через сито, г;

M_1 — общая масса костных частиц, г.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое результатов, полученных для двух параллельных проб, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)} 100 \le r_{отн}, \quad (7)$$

где X_1, X_2 — результаты измерений для двух повторных проб массовой доли костных включений, размер которых превышает заданное (нормируемое) значение, %;

$r_{отн}$ — относительный предел повторяемости, % (см. таблицу 1).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости:

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{отн.0,95} 0{,}01 X_{ср}, \quad (8)$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ — среднеарифметические значения результатов измерений массовой доли костных включений, размер которых превышает заданное (нормируемое) значение, полученных в двух разных лабораториях, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение окончательных результатов измерений массовой доли костных включений $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$, размер которых превышает заданное (нормируемое) значение, полученных в двух разных лабораториях, %;

$CD_{отн.0,95}$ — критическая разность для двух среднеарифметических значений (окончательных результатов измерений), полученных в двух разных лабораториях (см. таблицу 1), %.

7.6 Оформление результатов

Результат измерений представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \quad (9)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений для двух параллельных проб массовой доли костных включений, размер которых превышает заданное (нормируемое) значение, признанных приемлемыми по формуле (6), %;

Δ — граница абсолютной погрешности при $P = 0{,}95$, %, вычисляемая по формуле

$$\Delta = \frac{\delta}{100} \cdot \overline{X}, \quad (10)$$

$\pm\delta$ — границы относительной погрешности, % (см. таблицу 1).

Значение Δ вычисляют с округлением до двух значащих цифр. Среднеарифметическое значение $\overline{X}$ округляют до цифры того же разряда, что и последняя значащая цифра границы абсолютной погрешности Δ.

В протоколе испытаний указывают номинальный размер ячеек металлической сетки по ГОСТ Р 51568, использованной при анализе.

Максимальный размер частиц указывают в миллиметрах с округлением до одного десятичного знака.

8 Метод определения массовой доли кальция с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в сухой или кислотной минерализации пробы, получении раствора кальция и его определении с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии в этом растворе, в который с целью коррекции фона добавлены соли лантана или стронция.

8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,02 и ± 0,0002 г.

Атомно-абсорбционный спектрометр с рабочей областью спектра, включающей длину волны 422,7 нм, укомплектованный горелкой для воздушно-ацетиленового пламени и спектральной лампой для определения кальция.

Электроплитка лабораторная по ГОСТ 14919 мощностью не менее 1000 Вт.

Баня водяная.

Электромясорубка куттерного типа по ГОСТ 20469.

Дозатор пипеточный переменного объема дозирования 0,200—1,000 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ± 1 % по [3].

Колбы Кн-2-250-34(40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-го класса точности, вместимостью от 1 до 25 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Колбы 2—50(100, 1000) по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-1000 по ГОСТ 1770.

Воронки В-56-80 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-500 ТСХ по ГОСТ 25336.

Стеклянные шарики.

Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кальция массовой концентрацией 1 $г/дм^3$ с относительной погрешностью не более 1 % (P = 0,95).

Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118, х. ч., и водные растворы (1:1), 250 и 25 $г/дм^3$.

Лантан хлористый 7-водный, х. ч. по [2].

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные [1].

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в 8.2.

8.3 Подготовка к проведению измерений

8.3.1 Подготовка пробы к проведению испытаний

Подготовку пробы проводят по 6.3.4.1 и затем измельчают на электромясорубке куттерного типа до однородной массы, помещают в чистую сухую емкость, тщательно перемешивают, плотно закрывают и хранят в холодильнике при температуре не выше 4 °С до окончания испытания.

8.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 250 $г/дм^3$

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ смешивают 674 $см^3$ концентрированной соляной кислоты с дистиллированной водой и доводят после охлаждения раствора объем до метки.

8.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 25 $г/дм^3$

Раствор готовят разбавлением раствора соляной кислоты 250 $г/дм^3$ (см. 8.3.2) в 10 раз дистиллированной водой.

8.3.4 Приготовление исходного стандартного раствора кальция с массовой концентрацией элемента 1 $мг/см^3$ готовят по ГОСТ 4212 или используют государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кальция с относительной погрешностью не более 1 % (P = 0,95).

8.3.5 Для приготовления исходного раствора лантана с массовой концентрацией элемента 100 $г/дм^3$ навеску 267,4 г лантана хлористого 7-водного растворяют в стакане в небольшом количестве раствора соляной кислоты 25 $г/дм^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора до метки тем же растворителем.

8.3.6 Для приготовления исходного раствора стронция с массовой концентрацией элемента 100 г/дм^3 навеску 304,3 г хлористого 6-водного стронция растворяют в стакане в небольшом количестве раствора соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки тем же растворителем.

8.3.7 Приготовление градуировочных растворов

Для построения градуировочного графика используют растворы с массовой концентрацией кальция 0, 2, 5, 10, 15 и 20 мг/дм^3, которые готовят из промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией кальция 100 мг/дм^3, приготовленного из исходного стандартного раствора разбавлением в 10 раз. Допускается приготовление градуировочных растворов непосредственно из исходного стандартного раствора с использованием пипеточных дозаторов. Массовая доля корректора фона в градуировочных растворах должна составлять 1 % для лантана или 2 % для стронция. Все разбавления проводят раствором соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм^3.

Пример — В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0; 1; 2,5; 5; 7,5; 10 см^3 промежуточного стандартного раствора кальция. В каждую колбу добавляют 5 см^3 исходного раствора лантана или 10 см^3 исходного раствора стронция. Доводят объем до метки и перемешивают. Массовая концентрация кальция в градуировочных растворах составляет 0; 2; 5; 10; 15 и 20 мг/дм^3.

8.3.8 Минерализация пробы

Минерализацию подготовленной к испытаниям пробы (см. 8.3.1) проводят одним из следующих методов:

Минерализация сухим способом — по ГОСТ 26929 (вместо азотной кислоты допускается использовать соляную кислоту). Рекомендуемая масса навески — 10 г.

Кислотная минерализация

Навеску 10 г образца помещают в коническую колбу, добавляют 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении (1:1), несколько стеклянных шариков, закрывают стеклянной воронкой и помещают на плитку под вытяжку. Медленно доводят до кипения, кипятят 20 мин и охлаждают до комнатной температуры.

8.3.9 Приготовление испытуемого раствора пробы

8.3.9.1 В случае сухой минерализации пробы в тигель с золой, приготовленной по ГОСТ 26929, вносят 5 см^3 раствора соляной кислоты массовой концентрации 250 г/дм^3 и растворяют золу при слабом нагревании на электроплитке или водяной бане. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, тигель промывают несколько раз дистиллированной водой, доводя этой промывной водой объем раствора в колбе до метки, и перемешивают (исходный испытуемый раствор).

8.3.9.2 В случае кислотной минерализации минерализат, полученный по 8.3.9.1, фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Фильтр промывают небольшими порциями дистиллированной воды, пока не соберут 90—95 см^3 фильтрата. Доводят дистиллированной водой объем раствора в колбе до метки и перемешивают (исходный испытуемый раствор).

8.3.9.3 Исходя из предполагаемого содержания кальция в образце и области рабочих концентраций определяют необходимую степень разведения пробы. Для исходного раствора пробы продукта переработки мяса птицы массовая концентрация кальция обычно находится в диапазоне 40—400 мг/дм^3. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 2,5 см^3 исходного раствора пробы, 5 см^3 исходного раствора лантана или 10 см^3 исходного раствора стронция, доводят объем до метки раствором соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм^3 и перемешивают (рабочий испытуемый раствор). При использовании другой мерной посуды аликвотные объемы исходных растворов пробы и корректора фона пропорционально изменяют.

8.4 Проведение измерений

8.4.1 Градуировочные растворы (см. 8.3.7) и рабочие испытуемые растворы (см. 8.3.9.3) анализируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра. Измеряют аналитический сигнал на длине волны 422,7 нм. Определение кальция рекомендуется проводить в верхней части окислительного пламени при широкой щели монохроматора.

8.4.2 Построение градуировочного графика

Измерения градуировочных растворов с массовой концентрацией кальция 0, 2, 5, 10, 15 и 20 мг/дм^3 проводят по два раза в порядке увеличения концентрации и находят для каждого раствора средние значения полученных результатов.

Градуировочный график строят по методу наименьших квадратов.

Построение градуировочного графика проводят перед началом измерений, а также в процессе работы после замены реактивов или спектральной лампы. Через 10 измерений рабочих испытуемых

растворов проводят контроль стабильности градуировочного графика с использованием градуировочных растворов с массовой концентрацией кальция 0 и 20 мг/дм^3.

8.4.3 Измерение испытуемых растворов

Для каждого рабочего испытуемого раствора проводят два измерения, по результатам которых с помощью градуировочного графика находят средние значения массовой концентрации кальция в этих растворах. Если среднее значение превышает 20 мг/дм^3, то проводят дополнительное разбавление соответствующего рабочего испытуемого раствора раствором соляной кислоты массовой концентрации 25 мг/дм^3.

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю кальция X_3,%, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot V_1 \cdot V_3}{m \cdot V_2 \cdot 10^4} \cdot K, \qquad (11)$$

где C — массовая концентрация кальция в рабочем испытуемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V_1 — объем исходного испытуемого раствора, приготовленного по 8.3.9.1 или по 8.3.9.2, см^3;

V_2 — аликвотный объем исходного испытуемого раствора, взятый для приготовления рабочего испытуемого раствора по 8.3.9.3, см^3;

V_3 — общий объем рабочего испытуемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, взятой на минерализацию, г;

K — коэффициент дополнительного разбавления рабочего испытуемого раствора (см. 8.4.3).

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое результатов, полученных для двух повторных проб, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)} 100 \le r_{отн}, \qquad (12)$$

где X_1, X_2 — результаты измерений для двух повторных проб массовой доли кальция, %;

$r_{отн}$ — относительный предел повторяемости, % (см. таблицу 1).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости:

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{отн.0,95} 0{,}01 X_{ср}, \qquad (13)$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ — среднеарифметические значения результатов измерений массовой доли кальция, полученных в двух разных лабораториях, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение окончательных результатов измерений массовой доли кальция $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$, полученных в двух разных лабораториях, %;

$CD_{отн.0,95}$ — критическая разность для двух среднеарифметических значений (окончательных результатов измерений), полученных в двух разных лабораториях (см. таблицу 1), %.

8.6 Оформление результатов

Результат измерений представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \qquad (14)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений для двух повторных проб массовой доли кальция, признанных приемлемыми по формуле (12), %;

Δ — граница абсолютной погрешности при P = 0,95, %, вычисляемая по формуле

$$\Delta = \frac{\delta}{100} \cdot \overline{X}, \qquad (15)$$

$\pm\delta$ — границы относительной погрешности, % (см. таблицу 1).

Значение Δ вычисляют с округлением до двух значащих цифр. Среднеарифметическое значение $\overline{X}$ округляют до цифры того же разряда, что и последняя значащая цифра границы абсолютной погрешности Δ.

9 Требования безопасности

9.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

9.2 Помещение, в котором проводят измерения должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу.

9.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

9.4 При работе с ацетиленом необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.2.054 и ГОСТ 12.1.004.

Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры бумажные обеззоленные

[2] ТУ 6-09-4773—79 Лантан хлористый

[3] ТУ 9452-001-33189998—95 Дозаторы пипеточные одноканальные

УДК 637.544:006.354 ОКС 67.120.20 Н09

Ключевые слова: метод, размер костных включений, массовая доля костных включений, массовая доля костных включений с размерами, меньшими заданного (нормируемого) значения, массовая доля кальция, гравиметрический метод, метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии, продукты переработки мяса птицы

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 15.02.2010. Подписано в печать 11.03.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 331 экз. Зак. 160.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru »@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru