МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31787— 2012

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения остаточной активности кислой фосфатазы, выраженной массовой долей фенола, в колбасных изделиях из термически обработанных ингредиентов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом мясной промышленности имени В.М. Горбатова Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМП им. В.М. Горбатова Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

(Поправка).

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1475-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31787—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53641—2009*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ИЗДАНИЕ (Ноябрь 2019 г.) с Поправкой (ИУС 6—2019)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

---

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1475-ст национальный стандарт ГОСТ Р 53641—2009 отменен с 15 февраля 2015 г.

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Отбор и подготовка проб 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы 2
6 Подготовка к испытанию 3
6.1 Приготовление цитратного буфера 3
6.2 Приготовление реактива Фолина 3
6.3 Приготовление основного раствора 3
6.4 Построение градуировочного графика 4
6.5 Приготовление испытуемого раствора 4
7 Проведение измерений 4
8 Обработка результатов измерений 4
9 Метрологические характеристики 5
9.1 Диапазон измерения 5
9.2 Прецизионность метода 5
10 Требования безопасности 6
Приложение А (рекомендуемое) Градуировочный график для определения массовой доли фенола 7
Библиография 8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения остаточной активности кислой фосфатазы, выраженной массовой долей фенола, в колбасных изделиях из термически обработанных ингредиентов

Meat and meat products. Method for determination of residual activity of acid phosphatase, expressed by mass fraction of phenol in sausage products made from thermally treated ingredients

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясные продукты — вареные колбасные изделия из термически обработанных ингредиентов (ливерные колбасы и паштеты с использованием субпродуктов) и устанавливает фотометрический метод определения остаточной активности кислой фосфатазы.

Диапазон измерения массовой доли остаточной активности кислой фосфатазы от 0 % до 0,012 % фенола.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования номенклатуры видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4109 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений*

ГОСТ ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике**

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Издание официальное

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

ГОСТ 10931 Реактивы. Натрий молибденовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 18289 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 20903 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования

ГОСТ 22280 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

ГОСТ 23519 Фенол синтетический технический. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования*

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на фотометрическом измерении интенсивности окраски продукта, зависящей от величины остаточной активности кислой фосфатазы, выраженной массовой долей фенола, в процентах.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 9792, [1].

4.2 Дополнительно анализируемую пробу освобождают от оболочки, измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают. Затем пробу помещают в стеклянную или пластмассовую емкость вместимостью 200—400 см^3, заполняя ее полностью, и закрывают крышкой.

Пробу хранят при температуре (4 ± 2) °С до окончания испытаний.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

Спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (600 ± 10) нм, или фотоэлектрический калориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (600 ± 10) нм.

pH-метр лабораторный, позволяющий проводить измерения с допускаемой погрешностью ±0,05 единицы pH.

Кюветы стеклянные по ГОСТ 20903 с расстоянием между рабочими гранями 10 мм.

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 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,0001 г.

Ультратермостат или водяная баня, обеспечивающие регулирование температуры от 30 °С до 100 °С.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

Колбы мерные 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770, откалиброванные на наливной объем.

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

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

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

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 5,5-водный по ГОСТ 22280, ч. д. а.

Фенилфосфорной кислоты динатриевая соль, ч., свежеприготовленный раствор массовой концентрации 2 г/дм^3.

Кислота трихлоруксусная кристаллическая, ч., растворы массовой концентрации 50 и 200 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор молярной концентрации 0,5 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенол по 23519 марки 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 с массовой долей основного вещества не менее 97 %.

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, оборудования с техническими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6 Подготовка к испытанию

6.1 Приготовление цитратного буфера

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в дистиллированной воде растворяют (13,88 ± 0,005) г лимоннокислого натрия и (0,588 ± 0,0005) г лимонной кислоты, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают, pH буфера 6,5. Затем добавляют 1 см^3 толуола.

Срок хранения раствора в холодильнике при температуре (4 ± 1) °С — не более 12 сут.

6.2 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 при комнатной температуре. Затем добавляют 150 г сернокислого лития, 50 см^3 дистиллированной воды и несколько капель брома. Остаток брома отгоняют кипячением смеси в вытяжном шкафу, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют. Приготовленный реактив Фолина должен быть золотисто-желтого цвета без зеленого оттенка.

Срок хранения реактива Фолина в склянке с притертой пробкой в темном месте — не более 6 мес.

Допускается применение готового реактива Фолина*.

6.3 Приготовление основного раствора

На лабораторных весах взвешивают 2.0 г фенола с записью результата до третьего знака после запятой, 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 трихлорук-

* 1,2-Naphthoquinone-4-sulfonic acid sodium salt, фирма «Fluka», номер по каталогу — 47641.

сусной кислоты. После растворения содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный основной раствор содержит 20 мкг фенола в 1 см^3.

6.4 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят три основных раствора.

6.4.1 Приготовление градуировочных растворов

Из каждого основного раствора готовят шесть градуировочных растворов. Для этого в соответствии с таблицей 1 в пробирки вместимостью 25 см^3 вносят основной раствор фенола и доводят объем в каждой пробирке до 2,5 см^3, добавляя соответствующий объем раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 50 г/дм^3.

Таблица 1

Номер пробирки	Объем основного раствора, см^3	Объем раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрации 50 г/дм^3	Массовая концентрация фенола в стандартном растворе, мкг
№ 1	0	2,5	0
№ 2	0,25	2,25	5
№ 3	0,5	2,0	10
№ 4	1,0	1,5	20
№ 5	1,5	1,0	30
№ 6	2,0	0,5	40

6.4.2 В каждую пробирку добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,5 моль/дм^3, перемешивают, выдерживают 10 мин, добавляют 1,5 см^3 реактива Фолина, разведенного дистиллированной водой в соотношении 1:2, и снова перемешивают.

Через 30 мин в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному раствору (пробирка № 1) при длине волны (600 ± 10) нм.

6.4.3 По полученным средним данным из трех основных растворов строят градуировочный график. Пример построения градуировочного графика для определения массовой доли фенола приведен в приложении А.

6.5 Приготовление испытуемого раствора

Из подготовленной к испытанию пробы берут две навески массой по 1 г (результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака) и переносят в две пробирки — опытную и контрольную.

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

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

7 Проведение измерений

7.1 Для проведения цветной реакции из контрольной и опытной пробирок отбирают по 2,5 см^3 безбелкового фильтрата. Цветную реакцию проводят по 6.4.2.

7.2 По градуировочному графику определяют массовую долю фенола в пробирках.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Массовую долю фенола, X, % вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 20}{m \cdot 2{,}5 \cdot 10^6} 100, \qquad (1)$$

где C — масса фенола, найденная по градуировочному графику, соответствующая оптической плотности, найденной по разности плотностей в опытной и контрольной пробирках ($D_1 - D_2$), мкг;

20 — разведение навески, см^3;

m — масса анализируемой пробы, г;

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

10^6 — коэффициент пересчета в г;

D_1 — оптическая плотность раствора в опытной пробирке;

D_2 — оптическая плотность раствора в контрольной пробирке.

Вычисление проводят до четвертого знака после запятой.

8.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$(X_1 - X_2) \le r, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

r — значение предела повторяемости, %.

В случае, если абсолютное расхождение между результатами двух измерений превышает предел повторяемости (сходимости) r, проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение повторных параллельных измерений, имеющих расхождение в допустимых пределах. Окончательный результат округляют до третьего десятичного знака.

8.3 Результаты измерения представляют в виде

$$(X_{ср} \pm \Delta) \text{ при } P = 0,95, \quad (3)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных определений, признанных приемлемыми, %;

Δ — граница абсолютной погрешности измерения при $P = 0,95$.

9 Метрологические характеристики

9.1 Диапазон измерения

Диапазон измерения массовой доли остаточной активности кислой фосфатазы от 0 % до 0,012 % фенола.

9.2 Прецизионность метода

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2.

9.2.1 Границы абсолютной погрешности результатов измерения, %, при доверительной вероятности $P = 0,95$ вычисляют по формуле

$$\Delta = \pm(0,04X_{ср} + 0,0024), \quad (4)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, признанных приемлемыми, %.

9.2.2 Предел повторяемости r, %, при доверительной вероятности $P = 0,95$ вычисляют по формуле

$$r = 0,00054X_{ср} + 0,0012. \quad (5)$$

Расхождение между результатами двух измерений, полученными на идентичной испытуемой пробе, одним оператором, с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени, будет превышать предел повторяемости r в среднем не более одного раза из двадцати случаев при правильном использовании метода.

9.2.3 Абсолютное расхождение между результатами двух единичных измерений, полученными одним и тем же методом на идентичной испытуемой пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, будет различаться с превышением предела воспроизводимости R, %, в среднем не более одного раза из двадцати случаев, который вычисляют по формуле

$$R = 0,00098X_{ср} + 0,00305, \quad (6)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, %.

10 Требования безопасности

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

10.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности, в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

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

Приложение А
(рекомендуемое)

Градуировочный график для определения массовой доли фенола

А.1 График для определения массовой доли фенола приведен на рисунке А.1



Рисунок А.1

Библиография

[1] ИСО 17604:2003 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Отбор проб с туши для микробиологического анализа

УДК 637.5.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо и мясные продукты, колбасные изделия, ливерные колбасы, паштеты, остаточная активность кислой фосфатазы, массовая доля фенола

Редактор *А.Е. Минкина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.11.2019. Подписано в печать 08.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 31787—2012 Мясо и мясные продукты. Метод определения остаточной активности кислой фосфатазы, выраженной массовой долей фенола, в колбасных изделиях из термически обработанных ингредиентов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения

(ИУС № 6 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru