ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55484– 2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания натрия, калия, магния и марганца методом пламенной атомной абсорбции

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН 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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 226 «Мясо и мясная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 364-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания натрия, калия, магния и марганца методом пламенной атомной абсорбции

Meat and meat products. Determination of sodium, potassium, magnesium and manganese by flame atomic absorption

Дата введения – 2014–07–01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, субпродукты, жир-сырец, мясные и мясосодержащие продукты, продукты из шпика и устанавливает метод пламенной атомной абсорбции для определения массовой доли натрия, калия, магния и марганца в диапазоне измерений: для натрия и калия – от 1,0 до 500,0 мг/кг; магния и марганца – от 0,1 до 500,0 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51447–99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р 52501–2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. 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

Издание официальное

ГОСТ 20469–95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 23932–90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 26678–85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 31671–2012 (EN 13805:2002) Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на сравнении поглощения резонансного излучения свободными атомами металлов, образующимися в пламени при введении в него растворов анализируемых продуктов (при полном разрушении органических веществ) и градуировочных растворов с известными концентрациями определяемых металлов, подвергнутых аналогичной процедуре.

4 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Спектрометр атомно-абсорбционный, укомплектованный горелкой для воздушно-ацетиленового пламени и лампами с полым катодом для натрия, калия, марганца и магния, с допускаемой относительной погрешностью измерений не более 5 % в диапазоне массовых концентраций.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с решеткой, диаметр отверстий которой 2–3 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,1 мг.

Аппарат для минерализации под давлением, укомплектованный набором сосудов.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501.

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

Колбы 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-100 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336 с эффективным осушающим агентом.

Баня ультразвуковая мощностью не ниже 500 Вт.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов натрия, калия, магния и марганца с относительной погрешностью не более 1 %.

Цезий хлористый, х. ч.

Лантан хлористый 7-водный, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов, по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб – по ГОСТ Р 51447, ГОСТ 9792.

5.2 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку по ГОСТ 4025 или ГОСТ 20469 с диаметром отверстий решетки 2–3 мм и тщательно перемешивают.

5.3 Подготовленную пробу помещают в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 23932, пробку закрывают.

Пробу хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С – не более 5 сут.

6 Подготовка к проведению анализа

6.1 Подготовка посуды и реактивов

Стеклянную посуду непосредственно перед использованием несколько раз ополаскивают дистиллированной водой или водой для лабораторного анализа.

Для приготовления растворов пробы продукта, градуировочных и других растворов, используемых при проведении анализа, применяют посуду для лабораторного анализа из одной и той же партии.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление исходных растворов

Исходными растворами ионов натрия, калия, магния и марганца являются государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов натрия, калия, магния и марганца массовой концентрации 1,0 $г/дм^3$.

Для приготовления исходного раствора хлористого цезия массовой концентрации 40 $г/дм^3$ 4,00 г хлористого цезия растворяют в стакане в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Для приготовления исходного раствора хлористого лантана массовой концентрации 50,0 $г/дм^3$ 13,40 г хлористого лантана растворяют в стакане в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Для приготовления раствора азотной кислоты молярной концентрации 1,0 $моль/дм^3$ в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 400 – 500 $см^3$ дистиллированной воды, затем добавляют 167 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения исходных растворов при комнатной температуре – не более 3 мес.

6.2.2 Приготовление фоновых растворов для установления нулевого значения абсорбции

При определении калия и натрия для установления нулевого значения абсорбции используют раствор хлористого цезия массовой концентрации 4,0 г/дм^3, который готовят точным разведением исходного раствора в 10 раз.

При определении магния используют раствор лантана массовой концентрации 5,0 г/дм^3, который готовят точным разведением исходного раствора в 10 раз.

При определении марганца используют раствор азотной кислоты молярной концентрации 1,0 моль/дм^3.

Срок хранения растворов при комнатной температуре – не более 3 мес.

6.2.3 Приготовление градуировочных растворов

Для каждого определяемого элемента готовят 3–5 градуировочных растворов точным разведением исходных растворов, при этом массовые концентрации градуировочных растворов должны находиться в диапазоне линейной зависимости абсорбции от концентрации элемента для данного спектрометра.

В мерных колбах вместимостью 50 см^3 разбавлением ГСО раствором азотной кислоты молярной концентрации 1,0 моль/дм^3 готовят градуировочные растворы ионов натрия и калия массовой концентрации: 2,0; 5,0 и 10,0 мг/дм^3; ионов магния и марганца – массовой концентрации 0,5; 2,5 и 5,0 мг/дм^3.

Градуировочные растворы готовят в день анализа.

Поддиапазоны концентраций определяемых элементов, в которых градуировочные кривые имеют линейную зависимость, составляют для:

- натрия и калия – от 2 до 20 мг/кг;
- магния и марганца – от 0,01 до 10 мг/кг.

Если определяемый элемент превышает данные диапазоны, рекомендуется пробу разбавить для получения более достоверных результатов.

Для дозирования аликвот исходных растворов объемом менее 1 см^3 используют пипеточный дозатор. В градуировочные растворы ионов натрия и ионов калия вносят исходный раствор хлористого цезия в таком количестве, чтобы массовая концентрация хлористого цезия в растворах составляла 4,0 г/дм^3. В градуировочные растворы ионов магния вносят исходный раствор хлористого лантана в таком количестве, чтобы массовая концентрация лантана в растворах составляла 5,0 г/дм^3. Градуировочные растворы ионов марганца готовят непосредственно в растворе азотной кислоты молярной концентрации 1,0 моль/дм^3.

6.3 Подготовка пробы к анализу

Подготовку пробы к анализу и минерализацию пробы под давлением проводят по ГОСТ 31671.

Охлажденный сосуд с минерализатом помещают в вытяжной шкаф и выдерживают открытым не менее 12 ч. Затем для предотвращения контаминации сосуд прикрывают бумагой. Далее минерализат переливают в пробирку вместимостью 20 см^3 по ГОСТ 1770, дегазируют на ультразвуковой бане в течение 5 мин. Дегазированный минерализат разбавляют водой до нужного объема (в зависимости от предполагаемого количества элемента в пробе), соблюдая условие: в минерализате, разбавленном до объема 20 см^3, должно содержаться не более 4 см^3 азотной кислоты, исходя из ее объема, добавленного к анализируемой пробе перед минерализацией.

Полученный раствор пробы снова дегазируют на ультразвуковой бане с целью уменьшения влияния окислов азота на результат. Цвет раствора пробы должен быть от бесцветного до светло-желтого.

Пробу продукта или ее минерализованный раствор разводят таким образом, чтобы ожидаемая концентрация элемента в растворе находилась в области градуировочного графика.

Одновременно готовят холостую пробу по ГОСТ 31671.

7 Проведение анализа

Градуировочные растворы и растворы пробы анализируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

Для измерений используют только растворы, подготовленные по 6.2.

Компенсируют фоновый сигнал прибора по фоновым растворам, приготовленным по 6.2.2. Для градуировки прибора проводят двукратные измерения абсорбции градуировочных растворов различных концентраций.

Измеряют абсорбцию раствора пробы. Если ее значение выходит за границы градуировки прибора, раствор пробы разбавляют фоновым раствором и проводят повторное измерение. При измерениях большого числа серий образцов периодически проверяют стабильность фоновой абсорбции. Например, измеряют через каждые 20 определений средний стандарт градуировочной кривой.

Помимо этого, проводят холостой опыт, включающий все стадии, с использованием реактивов, применявшихся в данной серии испытаний.

Спектрометрический анализ градуировочных растворов проводят перед каждой серией испытаний.

8 Обработка результатов

8.1 По градуировочному графику находят значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе анализируемой пробы, соответствующее измеренной величине абсорбции раствора пробы.

8.2 Массовую долю определяемого элемента в пробе X, мг/кг, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(a_1 - a_0) \cdot V \cdot K \cdot 1000}{m}, \quad (1)$$

где a_1 – массовая концентрация элемента в измеряемом растворе, мг/дм^3;

a_0 – массовая концентрация элемента в холостой пробе, мг/дм^3;

V – объем, до которого доведен минерализат перед проведением испытанием, дм^3;

K – коэффициент разбавления, учитывающий разбавление в случае высокой концентрации элемента в измеряемом растворе;

1000 – коэффициент пересчета на кг;

m – масса пробы, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до второго десятичного знака.

9 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Наименование определяемого показателя	Показатели точности			
	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Границы относительной погрешности δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, мг/кг	Предел воспроизводимости, R, мг /кг
Натрий	От 1,0 до 500,0	16	$0,10x_{ср}$	$0,25X_{ср}$
Калий		15	$0,10x_{ср}$	$0,25X_{ср}$
Магний	От 0,1 до 500,0	20	$0,15x_{ср}$	$0,30X_{ср}$
Марганец		20	$0,10x_{ср}$	$0,30X_{ср}$
$x_{ср}$ – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг/кг; $X_{ср}$ – среднеарифметическое значение результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг.				

Расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, значения которого приведены в таблице 1.

Результат анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в виде

$$|x_1 - x_2| \leq r, \quad (2)$$

где x_1 и x_2 – результаты двух параллельных измерений, мг/кг;

r – предел повторяемости, мг/кг.

Расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R, значения которого приведены в таблице 1.

Результат анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в виде

$$|X_1 - X_2| \leq R, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 – результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг;

R – предел воспроизводимости, мг/кг.

Границы относительной погрешности, находящиеся с доверительной вероятностью $P = 0,95$, при соблюдении условий настоящего стандарта, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

10 Контроль точности результатов измерений

Точность метода была установлена при межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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

11 Требования безопасности

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

11.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оснащено 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.

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

УДК 637.5.04/07:006.354 ОКС 67.120.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, пламенная атомная абсорбция, натрий, калий, магний, марганец, градуировочные растворы, спектрометр

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60×84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 731.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта
ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru