МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 8558.1— 2015

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения нитрита

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 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» (ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 декабря 2015 г. № 48)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(Поправка).

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 марта 2016 г. № 205-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8558.1—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 8558.1—78

6 ИЗДАНИЕ (ноябрь 2019 г.) с Поправкой (ИУС 7—2019 г.), Изменением (ИУС 11—2019 г.)

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»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 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

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита (Издание, декабрь 2019)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 7.2.7. Заголовок и второй абзац	1,0; 2,5 и 5,0 мг/см^3	1,0; 2,5 и 5,0 мкг/см^3

(ИУС № 7 2021 г.)

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 12 2021 г.)

Поправка к Изменению № 1 ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита
(см. ИУС № 11—2019)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств	—	KZ

(ИУС № 6 2021 г.)

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 7 2023 г.)

МКС 67.120.10

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.2.9	**Приготовление стандартного раствора**	**Приготовление образцового раствора**
Пункт 8.3.1	рабочего раствора	рабочего раствора (см. 8.2.8)
Пункт 8.3.2	Добавляют последовательно 5 $см^3$ раствора аммиака, 10 $см^3$ раствора соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.	Добавляют последовательно 5 $см^3$ раствора аммиака, 10 $см^3$ раствора соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученные растворы содержат 0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мкг/$см^3$ нитрита натрия
Пункт 8.3.3	В конические колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят по 15 $см^3$ приготовленных рабочих растворов и 15 $см^3$ реактива Грисса.	В конические колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят по 15 $см^3$ приготовленных рабочих растворов и 15 $см^3$ реактива Грисса. Полученные растворы содержат 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 мкг/$см^3$ нитрита натрия.
Пункт 8.4.4	5 $см^3$ образцового раствора азотистокислого натрия и 15 $см^3$ реактива Грисса.	5 $см^3$ образцового раствора азотистокислого натрия (см. 8.2.9) и 15 $см^3$ реактива Грисса.

(ИУС № 6 2024 г.)

МКС 67.120.10

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.3.1	рабочего раствора (см. 8.2.8)	стандартного раствора

(ИУС № 12 2024 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения нитрита

Meat products. Methods for determination of nitrite

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, мясную продукцию, мясо птицы, а также используемые при их производстве нитритсодержащие компоненты (рассолы, посолочные смеси и др.) и устанавливает методы определения массовой доли нитрита натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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 31467 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4197 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5821 Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия

ГОСТ 5823 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

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

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 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

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

ГОСТ 26272 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

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

ГОСТ 29224 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

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

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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 по указателям 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля нитрита натрия:** Массовая доля нитрита натрия, определенная в соответствии с методами, изложенными в настоящем стандарте, и выраженная в процентах.

4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

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

4.2 Помещение, в котором проводятся 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.

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

---

* В Российской Федерации действует 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».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

4.4 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающего воздуха, °С ..... (20 ± 5);
- относительная влажность воздуха, %..... не более 80;
- атмосферное давление, кПа ..... 84—106,7.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Гомогенизатор или мясорубка механическая по ГОСТ 4025 или электрическая по ГОСТ 20469 с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,5 мм.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры на уровне 100°С.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (540 ± 2) нм, или фотоэлектроколориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (540 ± 2) нм, укомплектованный стеклянными кюветами с длиной рабочей грани 10 мм и 20 мм.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (1) класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г.

Емкость воздухонепроницаемая с крышкой.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Колбы мерные с одной отметкой 1-100-1; 1-200-1; 1-250-1; 1-500-1; 1-1000-1 по ГОСТ 1770.

Пипетки с делениями прямые 1-1-1-2; 1-1-1-5; 1-1-1-10; 1-1-1-25 по ГОСТ 29227.

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

Цилиндры 1-50-1, 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Термометр жидкостный по ГОСТ 29224, диапазон измерения температуры от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

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

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

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, х.ч.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч.

Кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821, ч.д.а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, х.ч.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, х.ч.

Вата медицинская по ГОСТ 5556.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х.ч.

Стрептоцид (сульфаниламид) с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

N-(1-нафтил)-этилендиамин-дигидрохлорид, с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

Пыль цинковая.

α-нафтиламин, с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

Примечание — Всю стеклянную посуду необходимо тщательно вымыть моющим средством, затем ополоснуть дистиллированной водой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб — по ГОСТ 7269, ГОСТ 9792, ГОСТ 31467, ГОСТ 8756.0.

Проба должна быть представительной, а также без повреждений и изменений при транспортировании и хранении.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.1.2 Пробы рассола для испытаний отбирают в количестве 500 $см^3$.

6.1.3 Пробы посолочной смеси отбирают от 1 % упаковочных единиц (но не менее чем от 3 единиц) общей массой не менее 500 г.

6.1.4 Пробу хранят таким образом, чтобы предотвратить порчу и изменение химического состава.

6.2 Подготовка проб

Пробу мяса, мясных и мясосодержащих продуктов (колбасных изделий, продуктов из мяса, полуфабрикатов, кулинарных изделий, консервов), мяса птицы измельчают на гомогенизаторе или дважды пропускают через мясорубку и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более 25 °С. Подготовленную пробу, а также пробы рассола помещают в воздухонепроницаемую емкость, закрывают крышкой и хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 5 сут, пробы посолочной смеси помещают в воздухонепроницаемую емкость, закрывают крышкой и хранят при температуре (20 ± 2) °С в соответствии с инструкцией фирмы изготовителя.

Испытания проводят в течение 24 ч после измельчения.

7 Метод, основанный на реакции с реактивом N-(нафтил)-этилендиаминдигидрохлоридом (основной метод)

7.1 Сущность метода

Метод основан на получении из анализируемой пробы безбелкового фильтрата, реакции нитрита с N-(1-нафтил)-этилендиамин-дигидрохлоридом и с сульфаниламидом и образованием соединения красного цвета и фотометрическом измерении оптической плотности при длине волны (540 ± 2) нм.

7.2 Приготовление реактивов

7.2.1 Приготовление соляной кислоты, разбавленной 1:1 (по объему)

Смешивают один объем соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/$см^3$) с одним объемом дистиллированной воды. Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.2 Приготовление насыщенного раствора буры

210 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1000 $см^3$ дистиллированной воды температурой 60 °С и охлаждают. Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.3 Приготовление реактивов для осаждения белков

7.2.3.1 Приготовление реактива Каррез 1

106 г железистосинеродистого калия растворяют в 500—600 $см^3$ дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.3.2 Приготовление реактива Каррез 2

220 г уксуснокислого цинка и 30 $см^3$ уксусной кислоты растворяют в 700—800 $см^3$ дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.4 Приготовление реактивов для проведения цветной реакции

7.2.4.1 Приготовление реактива 1

2 г стрептоцида (сульфаниламида) растворяют в 400 $см^3$ соляной кислоты (разбавленная 1:1), количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем до метки соляной кислотой и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.4.2 Приготовление реактива 2

0,25 г N-(1-нафтил)-этилендиамин-дигидрохлорида растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.5 Приготовление основного раствора азотистокислого натрия массовой концентрации $c(NaNO_2)$ = 2 мг/см^3

1 г азотистокислого натрия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Примечание — Так как содержание основного вещества в реактиве азотистокислого натрия в зависимости от классификации различно, вычисляют массу реактива для получения основного раствора с содержанием в 1 см^3 2 мг азотистокислого натрия.

Пример расчета — При использовании азотистокислого натрия марки х.ч. массовая доля основного вещества составляет не менее 99,0 %.

Массу реактива X, г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{100 \cdot 1}{99} = 1{,}0101\,. \qquad (1)$$

7.2.6 Приготовление рабочего раствора азотистокислого натрия, массовой концентрации $c(NaNO_2)$ 0,05 мг/см^3

25 см^3 основного раствора азотистокислого натрия вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.2.7 Приготовление стандартных растворов азотистокислого натрия, массовой концентрации $c(NaNO_2)$ 1,0; 2,5 и 5,0 мг/см^3

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 2,5 и 10 см^3 рабочего раствора азотистокислого натрия, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученные стандартные растворы, содержат соответственно 1,0; 2,5 и 5,0 мг/см^3 нитрита натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.2.8 Приготовление контрольного раствора

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят цилиндром 50—60 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 реактива 1, помещают в темное место на 5 мин, затем добавляют 2 см^3 реактива 2, помещают в темное место на 3 мин, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

7.3 Построение градуировочного графика

7.3.1 В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят по 10 см^3 каждого стандартного раствора нитрита натрия.

К этим растворам добавляют по 10 см^3 реактива 1, перемешивают и выдерживают в темном месте 5 мин. Затем добавляют по 2 см^3 реактива 2, выдерживают в темном месте 3 мин и доводят объем до метки дистиллированной водой для получения концентраций 0,1; 0,25; 0,5 мкг/см^3 нитрита натрия соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.3.2 Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (540 ± 2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, в кювете 10 мм.

7.3.3 По полученным средним данным измерений из трех стандартных растворов строят градуировочный график, откладывая измеренные значения оптической плотности по оси абсцисс против соответствующих концентраций разбавленных стандартных растворов нитрита натрия по оси ординат и проводя прямую линию через отложенные точки и начало координат.

7.4 Проведение анализа

7.4.1 В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают 10 г подготовленной пробы с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, добавляют 5 см^3 насыщенного раствора буры и цилиндром 100 см^3 дистиллированной воды. Колбу с содержимым выдерживают на кипящей водяной бане 15 мин, периодически перемешивая. Содержимое колбы охлаждают до (20 ± 2) °С, последовательно добавляют 2 см^3 реактива Карреза 1 и 2 см^3 реактива Карреза 2, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр, установленный в воронку.

7.4.2 В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 25 см^3 рассола, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.4.3 В мерную колбу вместимостью 500 см^3 взвешивают 2,5 г посолочной смеси с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, добавляют цилиндром 250—300 см^3 дистиллированной воды, растворяют анализируемую пробу, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

7.4.4 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят не более 20 см^3 фильтрата (раствора рассола и раствора посолочной смеси), добавляют 30—50 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 реактива 1, перемешивают и выдерживают в темном месте 5 мин. Затем добавляют 2 см^3 реактива 2, перемешивают и выдерживают в темном месте 3 мин. Содержимое колб доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.4.5 Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (540 ± 2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрофотометр или фотоэлектроколориметр в кювете с длиной рабочей грани 10 мм.

7.4.6 По градуировочному графику находят концентрацию азотистокислого натрия в растворе пробы.

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

7.5 Обработка результатов

7.5.1 Массовую долю нитрита натрия X_1, %, в продуктах и посолочных смесях вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 10^6}, \quad (2)$$

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

100 — объем разбавленного фильтрата, используемый для цветной реакции, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы, г;

V — объем фильтрата, взятый для проведения цветной реакции, см^3;

10^6 — коэффициент перевода мкг в г;

V_1 — объем, до которого доведена навеска анализируемой пробы [200 см^3 для продукта и 500 см^3 для посолочной смеси (см. 7.4.2)].

7.5.2 Массовую долю нитрита натрия в рассоле X_2,%, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{25 \cdot V \cdot \rho \cdot 10^6}, \quad (3)$$

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

500 — общий объем разбавленного рассола, см^3;

100 — объем разбавленного фильтрата, используемый для цветной реакции, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

25 — количество рассола, отобранное для исследования, см^3;

V — объем фильтрата, отобранный для проведения цветной реакции, см^3;

ρ — плотность рассола, г/см^3;

10^6 — коэффициент перевода мкг в г.

Вычисление проводят до пятого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до четвертого десятичного знака, если удовлетворяются условия приемлемости.

8 Метод, основанный на реакции Грисса

8.1 Сущность метода

Метод основан на взаимодействии солей азотистой кислоты с α-нафтиламином и сульфаниловой кислотой в присутствии уксусной кислоты с образованием соединения красного цвета и фотометрическом измерении оптической плотности при длине волны (540 ± 2) нм.

Метод Грисса применим только для мяса, мясных и мясосодержащих продуктов (колбасных изделий, продуктов из мяса, полуфабрикатов, кулинарных изделий, консервов), мяса птицы.

8.2 Приготовление реактивов

8.2.1 Приготовление раствора уксусной кислоты молярной концентрации $c(CH_3COOH) = 2{,}0$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят цилиндром 600—700 см^3 дистиллированной воды, 115 см^3 уксусной кислоты, охлаждают и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.2 Приготовление раствора аммиака молярной концентрации $c(NH_3) = 3{,}0$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят цилиндром 223 см^3 аммиака (ρ_{20} = 0,906 г/см^3), доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH) = 0{,}1$ моль/дм^3

4 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.4 Приготовление раствора сернокислого цинка массовой концентрации $c(ZnSO_4 \cdot 7H_2O) = 4{,}5$ г/дм^3

4,5 г сернокислого цинка растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.5 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl) = 0{,}1$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят цилиндром 600—700 см^3 дистиллированной воды и 8,5 см^3 соляной кислоты (ρ_{20} = 1,1880 г/см^3), охлаждают и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.6 Приготовление реактивов для проведения цветной реакции

8.2.6.1 Реактив 1

0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 см^3 раствора уксусной кислоты. Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.6.2 Реактив 2

0,2 г α-нафтиламина и 20 см^3 дистиллированной воды кипятят в течение 10 мин, раствор фильтруют и прибавляют к фильтрату 180 см^3 раствора уксусной кислоты.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.6.3 Реактив Грисса

Смешивают реактив 1 и реактив 2 в равных объемах. В случае появления при смешивании растворов розового окрашивания добавляют цинковую пыль, перемешивают и фильтруют. Реактив Грисса готовят непосредственно перед применением.

8.2.7 Приготовление основного раствора азотистокислого натрия массовой концентрации $c(NaNO_2) = 1$ мг/см^3

1 г азотокислого натрия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Примечание — Массу реактива для получения основного раствора азотокислого натрия вычисляют по формуле (1), приведенной в 7.2.5 (пример расчета).

8.2.8 Приготовление рабочего раствора азотистокислого натрия массовой концентрации $c(NaNO_2) = 0{,}02$ мг/см^3

10 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

(8.2.7, 8.2.8 Измененная редакция, Изм. № 1).

8.2.9 Приготовление стандартного раствора азотистокислого натрия массовой концентрации $c(NaNO_2) = 0{,}001$ мг/см^3

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.3 Построение градуировочного графика

8.3.1 В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят 0; 1,0; 2.0; 4,0; 6,0; 8,0 см^3 рабочего раствора.

8.3.2 Добавляют последовательно 5 см^3 раствора аммиака, 10 см^3 раствора соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.3.3 В конические колбы вместимостью 100 см^3 вносят по 15 см^3 приготовленных рабочих растворов и 15 см^3 реактива Грисса.

8.3.4 Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны (540 ± 2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрофотометр или фотоэлектроколориметр в кювете с длиной рабочей грани 20 мм.

8.3.5 По полученным средним данным измерений трех рабочих растворов нитрита строят градуировочный график, откладывая измеренные значения оптической плотности по оси абсцисс против соответствующих концентраций растворов нитрита натрия по оси ординат и проводя прямую линию через отложенные точки и начало координат.

8.4 Проведение испытаний

8.4.1 В стакан взвешивают 20 г пробы с записью результата взвешивания до второго десятичного знака, добавляют цилиндром 35—40 см^3 дистиллированной воды температурой (55 ± 2) °С и настаивают в течение 10 мин. Раствор фильтруют через ватный фильтр, вставленный в воронку, в мерную колбу вместимостью 200 см^3, фильтр промывают дистиллированной водой, охлаждают полученный раствор и доводят дистиллированной водой до метки.

8.4.2 При анализе сырокопченых продуктов взвешивают 20 г пробы с записью результата взвешивания до второго десятичного знака, добавляют цилиндром 200 см^3 дистиллированной воды температурой (55 ± 2) °С и настаивают в течение 30 мин.

Раствор фильтруют через ватный фильтр, вставленный в воронку, в мерную колбу вместимостью 200 см^3, не перенося осадок на фильтр, полученный раствор доводят дистиллированной водой до метки.

8.4.3 20 см^3 фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора гидроокиси натрия и 40 см^3 раствора сернокислого цинка. Полученную смесь нагревают на кипящей водяной бане в течение 7 мин, охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр. Параллельно проводят контрольный опыт, помещая в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вместо 20 см^3 фильтрата 20 см^3 дистиллированной воды.

8.4.4 В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 5 см^3 прозрачного фильтрата, 1 см^3 раствора аммиака, 2 см^3 раствора соляной кислоты, 2 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 образцового раствора азотистокислого натрия и 15 см^3 реактива Грисса.

8.4.5 Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (540 ± 2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрофотометр или фотоэлектроколориметр в кювете 20 мм.

8.4.6 По градуировочному графику находят концентрацию нитрита натрия в растворе пробы.

8.5 Обработка результатов

Массовую долю нитрита натрия X_3,%, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 30}{m \cdot 20 \cdot 5 \cdot 10^6}, \qquad (4)$$

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

200 — объем, до которого доведена навеска, см^3;

100 — объем, до которого доведено количество фильтрата, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

30 — общий объем, используемый для цветной реакции, см^3;

m — масса анализируемой пробы, г;

20 — объем фильтрата, используемый для осаждения белков, см^3;

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

10^6 — коэффициент перевода мкг в г.

Вычисление проводят до пятого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до четвертого десятичного знака, если удовлетворяются условия приемлемости.

9 Метрологические характеристики

Точность методов установлена межлабораторными испытаниями, выполненными в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6.

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

Таблица 1

Наименование определяемого показателя	Показатели точности			
	Диапазон измерений массовой доли, %	Границы относительной погрешности ±δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %
Массовая доля нитрита натрия (спектрометрический метод)	От 0,0002 до 0,005 включ.	15	$0,10x_{ср}$	$0,25X_{ср}$
	Св. 0,005 до 0,012 включ.	8	$0,05x_{ср}$	$0,1X_{ср}$
Массовая доля нитрита натрия (метод, основанный на реакции Грисса)	От 0,0002 до 0,005 включ.	20	$0,15x_{ср}$	$0,3X_{ср}$
	Св. 0,005 до 0,012 включ.	12	$0,08x_{ср}$	$0,15X_{ср}$
$x_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %; $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %.				

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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.

$$|x_1 - x_2| \le r, \quad (5)$$

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

r — предел повторяемости, %.

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

$$|X_1 - X_2| \le R, \quad (6)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, %;

R — предел воспроизводимости, %.

Границы относительной погрешности результата измерений (±δ) при P = 0,95 при соблюдении условий настоящего стандарта не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

10 Контроль точности результатов измерений

10.1 Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов анализа (повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2).

10.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 1.

10.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (*R*). Значения *R* приведены в таблице 1.

УДК 637.5.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, мясо птицы, консервы, рассолы, посолочные смеси, определение массовая доля, нитрит натрия, спектрофотометрический метод, метод Грисса, реактив Грисса, реактив Карреза

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 11.11.2019. Подписано в печать 05.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10.
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.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к Изменению № 1 ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита
(см. ИУС № 11—2019)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств	—	KZ

(ИУС № 6 2021 г.)

МКС 67.120.10

Изменение № 1 ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 120-П от 30.07.2019)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 14592

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, RU, TJ, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации[1)]

Предисловие. Первый абзац изложить в новой редакции: «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».

Раздел 1. Заменить слова: «мясные и мясосодержащие продукты (колбасные изделия, продукты из мяса, полуфабрикаты, кулинарные изделия, консервы)» на «мясную продукцию».

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 7269—79 на ГОСТ 7269—2015;

«ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования номенклатуры видов защиты» на «ГОСТ 12.1.019—2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты»; сноску * — исключить;

«ГОСТ 7702.2.0—95 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты птичьи. Методы отбора проб и подготовка к микробиологическим исследованиям» на «ГОСТ 31467—2012 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям»;

ГОСТ OIML R 76-1—2011. Заменить слова: «Государственная система» на «Государственная система обеспечения»;

ГОСТ 4197—74. Заменить слово: «азотистокислый» на «азотисто-кислый».

Раздел 5. 12-й абзац изложить в новой редакции:

«Термометр жидкостный по ГОСТ 29224, диапазон измерения температуры от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы 1 °С».

Пункт 6.1.1. Заменить ссылку: «ГОСТ 7702.2.0» на «ГОСТ 31467».

Пункт 7.2.7. Наименование пункта изложить в новой редакции:

«**7.2.7 Приготовление стандартных растворов азотистокислого натрия массовых концентраций $c(NaNO_2)$ = 1,0; 2,5 и 5,0 мкг/см^3».**

Второй абзац изложить в новой редакции: «Полученные стандартные растворы содержат соответственно 1,0; 2,5 и 5,0 мкг/см^3 нитрита натрия».

Пункт 7.3.1. Второй абзац. Заменить значения: «1,0; 2,5; 5,0 мкг/см^3» на «0,1; 0,25; 0,5 мкг/см^3».

Пункт 8.2.2. Заменить слова: «169,6 см^3 аммиака (ρ_{20} = 0,907 г/см^3)» на «223 см^3 аммиака (ρ_{20} = 0,906 г/см^3)».

Пункт 8.2.7 изложить в новой редакции:

«**8.2.7 Приготовление основного раствора азотистокислого натрия массовой концентрации $c(NaNO_2)$ = 1 мг/см^3**

1 г азотистокислого натрия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Примечание — Массу реактива для получения основного раствора азотистокислого натрия вычисляют по формуле (1), приведенной в 7.2.5 (пример расчета)».

Пункт 8.2.8. В наименовании пункта заменить значение: «0,04 мг/см^3» на «0,02 мг/см^3».

Раздел 9. Таблица 1. Графа «Диапазон измерений массовой доли, %». Для спектрометрического метода и метода, основанного на реакции Грисса, заменить значения: «От 0,00002 до 0,005 включ.» на «От 0,0002 до 0,005 включ.».

(ИУС № 11 2019 г.)

[1)] Дата введения в действие на территории Российской Федерации 2020—01—01.

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 7 2019 г.)

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита (Издание, декабрь 2019)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 7.2.7. Заголовок и второй абзац	1,0; 2,5 и 5,0 мг/см^3	1,0; 2,5 и 5,0 мкг/см^3

(ИУС № 7 2021 г.)

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 12 2021 г.)

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 7 2023 г.)

МКС 67.120.10

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.2.9	**Приготовление стандартного раствора**	**Приготовление образцового раствора**
Пункт 8.3.1	рабочего раствора	рабочего раствора (см. 8.2.8)
Пункт 8.3.2	Добавляют последовательно 5 $см^3$ раствора аммиака, 10 $см^3$ раствора соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.	Добавляют последовательно 5 $см^3$ раствора аммиака, 10 $см^3$ раствора соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученные растворы содержат 0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мкг/$см^3$ нитрита натрия
Пункт 8.3.3	В конические колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят по 15 $см^3$ приготовленных рабочих растворов и 15 $см^3$ реактива Грисса.	В конические колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят по 15 $см^3$ приготовленных рабочих растворов и 15 $см^3$ реактива Грисса. Полученные растворы содержат 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 мкг/$см^3$ нитрита натрия.
Пункт 8.4.4	5 $см^3$ образцового раствора азотистокислого натрия и 15 $см^3$ реактива Грисса.	5 $см^3$ образцового раствора азотистокислого натрия (см. 8.2.9) и 15 $см^3$ реактива Грисса.

(ИУС № 6 2024 г.)

МКС 67.120.10

Поправка к ГОСТ 8558.1—2015 Продукты мясные. Методы определения нитрита

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.3.1	рабочего раствора (см. 8.2.8)	стандартного раствора

(ИУС № 12 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru