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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34811— 2021

РЫБА, ВОДНЫЕ БЕСПОЗВОНОЧНЫЕ И ПРОДУКЦИЯ ИЗ НИХ

Фотометрический метод определения содержания соединений фосфора

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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 Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии» (ФГБНУ «ВНИРО»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 24 декабря 2021 г. № 146-П)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 марта 2022 г. № 185-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34811—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 декабря 2022 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 55503—2013*

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 31 марта 2022 г. № 185-ст ГОСТ Р 55503—2013 отменен с 1 декабря 2022 г.

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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 34811—2021 Рыба, водные беспозвоночные и продукция из них. Фотометрический метод определения содержания соединений фосфора

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения

(ИУС № 9 2022 г.)

МКС 67.120.30

Поправка к ГОСТ 34811—2021 Рыба, водные беспозвоночные и продукция из них. Фотометрический метод определения содержания соединений фосфора

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Второй абзац, первое, второе и третье перечисления	20 г/кг	20 г/кг*
Раздел 1, сноска	—	_____ * 1 г/кг соответствует 1 ‰ (промилле).

(ИУС № 5 2023 г.)

МКС 67.120.30

Поправка к ГОСТ 34811—2021 Рыба, водные беспозвоночные и продукция из них. Фотометрический метод определения содержания соединений фосфора

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 11.2. Формула (2). Экспликация	v_1 — объем (по 10.2, 50 см^3), см^3;	v_1 — объем (по 10.1, 100 см^3), см^3;

(ИУС № 11 2023 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

РЫБА, ВОДНЫЕ БЕСПОЗВОНОЧНЫЕ И ПРОДУКЦИЯ ИЗ НИХ

Фотометрический метод определения содержания соединений фосфора

Fish, aquatic invertebrates and products from them.
Photometric method for determination of phosphorus compounds

Дата введения — 2022—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую рыбную продукцию следующих видов:

- рыбу-сырец (свежую), охлажденную и мороженую;
- мороженые филе рыбы, рыбный фарш, кальмары, крабы, креветки, мясо мидий;
- варено-мороженые крабы, креветки и мясо мидий.

Стандарт устанавливает фотометрический метод определения содержания различных форм соединений фосфора (в пересчете на фосфор) в следующих диапазонах:

- ортофосфатов — 0,5—20 г/кг;
- растворимых соединений фосфора и общего фосфора — 0,8—20 г/кг;
- полифосфатов — 1—20 г/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.654 Государственная система обеспечения единства измерений. Фотометрия. Термины и определения

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

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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 и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4146 Реактивы. Калий надсернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5841 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7636 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие 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 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 31339 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

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

ГОСТ ИСО 5725-2—2002** 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 в сети Интернет на официальном сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемых 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 8.654, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **общий фосфор:** Сумма растворимых и нерастворимых в воде соединений фосфора.

3.2 **водорастворимые соединения фосфора:** Ортофосфаты и полифосфаты, включая пирофосфаты.

4 Сущность метода

Определение ортофосфатов фотометрическим методом основано на экстракции их из пробы водой, взаимодействии с молибденовокислым аммонием с образованием фосфорномолибденовой гете-

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

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

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

рополикислоты, которая затем восстанавливается хлористым оловом в кислой среде до молибденового голубого с максимумом оптической плотности при длине волны 690 нм.

Определение общего содержания водорастворимых соединений фосфора основано на переводе всех растворенных в экстракте соединений фосфора в ортофосфаты путем окисления персульфатом калия при нагревании и дальнейшем определении ортофосфатов фотометрическим методом.

Определение содержания полифосфатов основано на разнице между общим содержанием растворимых соединений фосфора и ортофосфатов.

Определение содержания общего фосфора основано на минерализации образца, переводе полученных соединений фосфора в ортофосфаты, спектрофотометрическом измерении оптической плотности при длине волны 690 нм.

5 Требования безопасности и условия проведения измерений

5.1 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

5.2 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.

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

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

5.5 При подготовке и проведении определений необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

5.6 Растворы следует хранить при температуре (20 ± 6) °С, если условия хранения не оговорены отдельно.

Допускается готовить растворы других номинальных объемов при условии соблюдения соотношений между объемами растворов и объемами аликвот или массами навесок реагентов, регламентированных в настоящем стандарте.

5.7 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха..... не более 80 %;
- атмосферное давление .....84,0—106,7 кПа.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

6.1 Используют следующие средства измерений, стандартные образцы, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы:

- спектрофотометр, фотометр или фотоэлектроколориметр (далее — прибор), обеспечивающий измерение оптической плотности раствора в диапазоне от 0 до 1,3 при длине волны от (690 ± 10) нм с допускаемой абсолютной погрешностью измерений спектрального коэффициента пропускания не более ±2 %, снабженный кюветами с толщиной поглощающего слоя 10 мм;
- весы неавтоматического действия специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 или весы по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт, с пределом допускаемой абсолютной погрешности ±0,001;
- часы электронно-механические по ГОСТ 26272;
- колбы мерные 2—50 (100, 200, 500, 1000)—2 по ГОСТ 1770;
- колбы конические или плоскодонные термостойкие 2—100—14 или 2—250—29 ТХС по ГОСТ 25336;
- пипетки градуированные 1—1—2—1 (2, 5, 10) по ГОСТ 29227;
- пипетки с одной отметкой 1—2—20 и 1—2—50 по ГОСТ 29169;

- гомогенизатор или мясорубку механическую по ГОСТ 4025 или электрическую по ГОСТ 20469 с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,0 мм;
- стаканы В—1—50 ТХС и В—1—100 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы Кн (П)—2—50—18 (22, 34) ТХС и Кн (П)—2—100—18 (22, 34) ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки лабораторные В—36—80 ХС и В—56—80 ХС по ГОСТ 25336;
- стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ—19/9 и СВ—24/10 по ГОСТ 25336;
- холодильник бытовой электрический по ГОСТ 26678;
- электроплитку с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;
- межгосударственный стандартный образец (МСО) состава раствора фосфат-ионов (0,5 мг/см^3) по МСО 0153:2000 (массовая концентрация фосфат-ионов 0,500 мг/см^3 с относительной погрешностью ±1,0 % при P = 0,95);
- аммоний молибденовокислый (молибдат аммония) по ГОСТ 3765, ч. д. а.;
- олово хлористое двуводное (II) по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- калий надсернокислый (персульфат калия) по ГОСТ 4146, ч. д. а.;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, х. ч.;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, х. ч.;
- пероксид водорода 30 % по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, ч. д. а.;
- кислоту трихлоруксусную (ТХУ), ч., по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- встряхиватель лабораторный;
- фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.2 Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, а также реактивов, посуды и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб — по ГОСТ 31339.

7.2 Подготовка проб к испытаниям — по ГОСТ 7636.

8 Приготовление растворов

8.1 Раствор молибденовокислого аммония

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят (5,0 ± 0,1) г молибденовокислого аммония, добавляют 300 см^3 дистиллированной воды, осторожно перемешивают, добавляют 17,5 см^3 концентрированной серной кислоты и после охлаждения до комнатной температуры доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор хранят не более 1 мес.

8.2 Раствор хлористого олова

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 300 см^3 дистиллированной воды, затем медленно и осторожно добавляют 14 см^3 концентрированной серной кислоты, (0,10 ± 0,01) г хлористого олова, (1,0 ± 0,1) г сернокислого гидразина, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят при температуре (4 ± 2) °С не более 1 недели.

8.3 Раствор трихлоруксусной кислоты, 10 % (ТХУ)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят (10,0 ± 0,1) г ТХУ, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

8.4 Растворы для построения градуировочного графика

8.4.1 Основной стандартный раствор

Основной стандартный раствор готовят из МСО состава раствора фосфат-ионов массовой концентрации 0,500 мг/см^3, в пересчете на фосфор 0,1631 мг/см^3. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 с помощью градуированной пипетки вместимостью 5,0 см^3 вводят 4,90 см^3 МСО состава растворов фосфат-ионов и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация фосфора в полученном растворе составляет 7,99 мг/дм^3.

Примечание — Если концентрация фосфат-ионов в МСО не равна 0,500 мг/см^3, рассчитывают массовую концентрацию фосфора в основном стандартном растворе в соответствии с концентрацией конкретного образца.

Раствор хранят при температуре (4 ± 2) °С не более двух недель.

8.4.2 Рабочий стандартный раствор

Рабочий стандартный раствор готовят непосредственно перед измерением. Раствор хранению не подлежит.

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 вносят 25 см^3 основного стандартного раствора, полученного по 8.4.1, и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация фосфора в приготовленном рабочем стандартном растворе составляет 1,00 мг/дм^3.

9 Построение градуировочного графика

9.1 В пять мерных колб вместимостью 100 см^3 вносят соответственно 5,0; 7,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 рабочего стандартного раствора по 8.4.2. В каждую колбу добавляют по 50 см^3 дистиллированной воды, по 2,5 см^3 раствора молибденовокислого аммония по 8.1 и по 5,0 см^3 раствора хлористого олова по 8.2, выдерживают 10 мин, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация фосфора в полученных растворах состовляет соответственно 0,05; 0,07, 0,10; 0,15; 0,20 мг/дм^3.

9.2 Оптическую плотность растворов по 9.1 измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм, на приборе при длине волны 690 нм относительно контрольного раствора по 9.3. По полученным данным строят градуировочный график в виде линейной зависимости массовой концентрации фосфора в градуировочных растворах (на оси абсцисс) от оптической плотности (на оси ординат).

9.3 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2,5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, полученного по 8.1, и 5,0 см^3 раствора хлористого олова, полученного по 8.2, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

9.4 Используя значения оптической плотности по 9.2, устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости оптической плотности от массовой концентрации фосфора и вычисляют коэффициент корреляции. Градуировочную характеристику считают приемлемой, если значение коэффициента корреляции не менее 0,99. При меньших значениях коэффициента корреляции заново готовят градуировочные растворы и повторяют измерения.

9.5 Градуировочный график строят не реже одного раза в три месяца, а также при смене каждой партии реактивов (по разделу 8). С этой целью заново готовят два градуировочных раствора по 9.1 (далее — контрольные растворы), измеряют оптическую плотность по 9.2 и, используя установленную по 9.4 градуировочную характеристику, находят значения массовой концентрации фосфора в контрольных растворах. Градуировочную характеристику признают стабильной, если для каждого контрольного раствора отклонение измеренного значения массовой концентрации фосфора от заданного не превышает ±0,01 мг/дм^3. При получении неудовлетворительного результата (отклонение более указанного) хотя бы для одного контрольного раствора процедуру контроля повторяют, используя заново приготовленные контрольные растворы. Результаты повторного контроля считают окончательными. Градуировку прибора по 9.1 при неудовлетворительных результатах контроля стабильности градуировочного графика повторяют.

10 Проведение измерений

10.1 Получение экстракта водорастворимых соединений фосфора

Пробу, подготовленную по разделу 7, массой 1,00—1,50 г, взвешенную с точностью до 0,001 г, количественно переносят с помощью 50 см^3 дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и выдерживают 30 мин, тщательно встряхивая колбу через каждые 5 мин. Затем добавляют 10 см^3 10 %-ного раствора ТХУ, полученного по 8.3, и настаивают еще 30 мин, периодически перемешивая. Затем доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр «синяя лента». Полученный экстракт используют для определения водорастворимых соединений фосфора.

10.2 Определение ортофосфатов

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2,5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, полученного по 8.1, и 5,0 см^3 раствора хлористого олова, полученного по 8.2, вносят аликвоту экстракта, полученного по 10.1, доводят дистиллированной водой до метки и определяют оптическую плотность раствора по 9.2. Аликвоту экстракта подбирают таким образом, чтобы оптическая плотность раствора была в пределах от 0,05 до 0,18, что соответствует массовой концентрации фосфора в растворе от 0,05 до 0,20 мг/дм^3.

10.3 Определение общего содержания водорастворимых соединений фосфора

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 50 см^3 экстракта, полученного по 10.1, добавляют (0,60 ± 0,05) г персульфата калия и кипятят на электроплитке в течение 40 мин или до тех пор, пока объем в колбе не уменьшится до 5—7 см^3. Охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки дистиллированной водой.

Полученный раствор ортофосфатов анализируют по 10.2.

10.4 Определение содержания общего фосфора

Пробу исследуемого образца массой 1,00—1,50 г, взвешенную с точностью до 0,001 г, помещают в термостойкую коническую или плоскодонную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 серной кислоты и 20 см^3 азотной кислоты, доводят постепенно до кипения на электроплитке и кипятят до обесцвечивания содержимого колбы, добавляя, при необходимости, по 5 см^3 азотной кислоты (перед добавлением азотной кислоты содержимое колбы охлаждают). После обесцвечивания раствора в колбу добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 перекиси водорода, кипятят 30 мин. После охлаждения содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Полученный раствор ортофосфатов анализируют по 10.2.

11 Обработка результатов

11.1 Массовую долю ортофосфатов (в пересчете на фосфор) X_1, ‰, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot v_1 \cdot v_2}{1000 \cdot m \cdot v}, \quad (1)$$

где C_1 — массовая концентрация ортофосфатов (в пересчете на фосфор), найденная по градуировочной характеристике (по разделу 9), мг/дм^3;

v_1 — объем (по 10.1, 100 см^3), см^3;

v_2 — объем, до которого доводят аликвоту экстракта пробы, взятой для проведения цветной реакции, см^3;

1000 — коэффициент пересчета мг в г;

m — проба исследуемого образца продукта, г;

v — аликвота экстракта пробы, взятая для проведения цветной реакции по 10.2, см^3.

Вычисления по формуле проводят с точностью до третьего десятичного знака после запятой.

11.2 Массовую долю водорастворимых соединений фосфора (в пересчете на фосфор) X_2, ‰, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C_2 \cdot v_1 \cdot v_2}{1000 \cdot m \cdot v}, \quad (2)$$

где C_2 — массовая концентрация водорастворимых соединений фосфора (в пересчете на фосфор), найденная по градуировочной характеристике (по разделу 9), мг/дм^3;

v_1 — объем (по 10.2, 50 см^3), см^3;

v_2 — объем, до которого доводят аликвоту пробы, взятой для проведения цветной реакции, см^3;

1000 — коэффициент пересчета мг в г;

m — проба исследуемого образца продукта, г;

v — аликвота пробы, взятая для проведения цветной реакции, см^3.

Вычисления по формуле проводят с точностью до второго десятичного знака после запятой.

11.3 Массовую долю общего фосфора X_3, ‰, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{C_3 \cdot v_1 \cdot v_2}{1000 \cdot m \cdot v}, \quad (3)$$

где C_3 — массовая концентрация общего фосфора, найденная по градуировочному графику (по разделу 9), мг/дм^3;

v_1 — объем, до которого доводят пробу после сжигания (по 10.3, 100 см^3), см^3;

v_2 — объем, до которого доводят аликвоту пробы, взятой для проведения цветной реакции, см^3;

1000 — коэффициент пересчета мг в г;

m — проба исследуемого образца продукта, г;

v — аликвота пробы, взятая для проведения цветной реакции по 10.2, см^3.

Вычисления по формуле проводят с точностью до второго десятичного знака после запятой.

11.4 За результат измерений массовой доли соединений фосфора по 11.1—11.3 принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений при выполнении условия

$$|X_{(1)} - X_{(2)}| \le r, \quad (4)$$

где $X_{(1)}$ и $X_{(2)}$ — результаты двух параллельных определений массовой доли соответствующей формы фосфора (ортофосфатов по 11.1, растворимых соединений фосфора по 11.2, общего фосфора по 11.3), ‰;

r — предел повторяемости (по разделу 12), ‰.

При невыполнении условия (4) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и вычисления окончательного результата измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2002 (подраздел 5.2).

11.5 Массовую долю полифосфатов (в пересчете на фосфор) X_4, ‰, вычисляют по формуле

$$X_4 = X_2 - X_1, \quad (5)$$

где X_2 — массовая доля водорастворимых соединений фосфора в пробе, полученная по 11.2, ‰;

X_1 — массовая доля ортофосфатов в пробе, полученная по 11.1, ‰.

12 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в 12.1—12.3.

12.1 Предел повторяемости (сходимости) r, ‰:

- для ортофосфатов — 0,20;
- для растворимых соединений фосфора и общего фосфора — 0,50;
- для полифосфатов — 0,70.

12.2 Предел воспроизводимости R, ‰:
- для ортофосфатов — 0,30;
- для растворимых соединений фосфора и общего фосфора — 0,70.

12.3 границы погрешности измерений Δ, ‰:
- для ортофосфатов — 0,22;
- для растворимых соединений фосфора и общего фосфора — 0,40;
- для полифосфатов — 0,80.

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 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 (раздел 6).

13.2 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 12.1.

13.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2—2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости R. Значения R приведены в 12.2.

14 Оформление результатов измерений

Результат измерения при P = 0,95 представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{‰},$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, ‰;

Δ — границы относительной погрешности измерений по 12.3.

Результаты измерений ортофосфатов выражают с точностью до двух десятичных знаков после запятой; растворимых соединений фосфора, общего фосфора и пирофосфатов — до одного десятичного знака после запятой и регистрируют в протоколе испытаний. Полученный результат округляют до целого числа.

УДК 664.8/9:006.354 МКС 67.120.30

Ключевые слова: ортофосфаты, водорастворимые соединения фосфора, общий фосфор, полифосфаты, фотометрия, рыба, водные беспозвоночные, рыбная продукция

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 04.04.2022. Подписано в печать 07.04.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
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 ГОСТ 34811—2021 Рыба, водные беспозвоночные и продукция из них. Фотометрический метод определения содержания соединений фосфора

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения

(ИУС № 9 2022 г.)

МКС 67.120.30

Поправка к ГОСТ 34811—2021 Рыба, водные беспозвоночные и продукция из них. Фотометрический метод определения содержания соединений фосфора

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Второй абзац, первое, второе и третье перечисления	20 г/кг	20 г/кг*
Раздел 1, сноска	—	_____ * 1 г/кг соответствует 1 ‰ (промилле).

(ИУС № 5 2023 г.)

МКС 67.120.30

Поправка к ГОСТ 34811—2021 Рыба, водные беспозвоночные и продукция из них. Фотометрический метод определения содержания соединений фосфора

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 11.2. Формула (2). Экспликация	v_1 — объем (по 10.2, 50 см^3), см^3;	v_1 — объем (по 10.1, 100 см^3), см^3;

(ИУС № 11 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru