ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Ет және ет өнімдері
ЖАЛПЫ ФОСФОРДЫҢ САЛМАҚТЫҚ ҮЛЕСІН АНЫҚТАУДЫҢ СПЕКТРОФОТОМЕТРЛІК ӘДІСІ

Мясо и мясные продукты
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА

ҚР СТ 1486-2005

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Ет және ет өнімдері

ЖАЛПЫ ФОСФОРДЫҢ САЛМАҚТЫҚ ҮЛЕСІН АНЫҚТАУДЫҢ СПЕКТРОФОТОМЕТРЛІК ӘДІСІ

ҚР СТ 1486-2005

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана

Алғысөз

1 ҚР Ауыл шаруашылық министрлігі «Қайта өңдеу және тамақ өнеркәсібінің ғылыми өндірістік орталығы» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Тамақ өнеркәсібі» стандарттау жөніндегі ТК 31 техникалық комитет **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2005 жылғы 28 желтоқсандағы № 498 бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗЛДІ**

3 Осы стандарт ГОСТ 51447-99 (ИСО 3100-1-91) «Ет және ет өнімдері. Сынамаларды іріктеу әдісі», ИСО 936-98 «Ет және ет өнімдері. Күлді анықтау» қолдану арқылы үйлестірілді.

4 Осы стандартта Қазақстан Республикасының «техникалық реттеу туралы», «Тұтынушылар құқықтарын қорғау туралы», «Қазақстан Республикасындағы тілдер туралы», «халықтың санитарлық-эпидемиологиялық салауаттылығы туралы» «тамақ өнімдерінің сапасы мен қауіпсіздігі туралы» заңдарының нормалары іске асырылған.

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2010 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология жөніндегі комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде Қазақстан Республикасы аумағында толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Ет және ет өнімдері
ЖАЛПЫ ФОСФОРДЫҢ САЛМАҚТЫҚ ҮЛЕСІН АНЫҚТАУДЫҢ СПЕКТРОФОТОМЕТРЛІК ӘДІСІ

Енгізілген күні 2007-01-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт ет және ет өнімдеріне (бұдан әрі-ет) таратылады және жалпы фосфордың салмақтық үлесін анықтаудың спектрофотометрлік әдісін белгілейді.

Осы стандартта берілген өлшеу дәлдігінің сипаттамалары тек қана шұжық өнімдеріне таратылады.

Осы стандартта берілген әдістеме ғылыми-зерттеулерде еттегі жалпы фософрды анықтауға қолданыла алады.

Осы стандартта берілген Ресей Федерациясының стандарттары ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылды:

ҚР СТ 1.9-2003 Қазақстан Республикасының мемлекеттік стандарттау жүйесі. Стандарттау, метрология, сертификаттау және аккредиттеу жөніндегі халықаралық, өңірлік және ұлттық нормативтік құжаттардың қолданылу тәртібі.

ГОСТ Р 51447-99 (ИСО 3100-1-91) Ет және ет өнімдері. Сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ Р 51482-99 (ИСО 13760-96) Ет және ет өнімдері. Жалпы фосфордың салмақтық үлесін анықтаудың спектрометрлік әдісі.

3 Анықтамалар

Осы стандартта ГОСТ Р 51482 бойынша термин қолданылады:

Ет және ет өнімдеріндегі жалпы фосфордың салмақтық үлесі: Осы стандартта көрсетілген әдіске сәйкес анықталып және пайыздағы (%) фосфор пентаоксидінің (бестотығы) салмақтық үлесі ретінде берілген фосфордың салмақтық үлесі.

4 Әдістің мәні

Әдіс өлшендіні минералдауға, фосфордың аммоний моновадаты мен аммоний гептамолибдатымен өзара әрекетінен сары түсті қоспаның қалыптасуы және оптикалық тығыздығы 430 нм толқын ұзындығында болатын фотометрикалық өлшем реакциясына негізделген.

5 Реактивтер

Барлық раективтер аналитикалық сапада болуы қажет (х.т. төмен емес). Қолданылатын су дистилденген, деминералданған немесе баламалы таза болуы керек.

5.1 1:2 араластырылған азот қышқылы (көлемі бойынша).

Азот қышқылының бір бөлігінің (65%; тығыздығы ρ_{20} = 1,40 г/см^3) судың екі бөлігімен араластырады.

5.2 Аммоний мононванадаты (NH_4VO_3) (меттің аммоний ванади қышқылы), 2,5 г/дм^3 ерітінді. 2,5 аммоний мононванадаты 500 см^3 қайнаған сумен ерітеді. Алынған ерітіндіні салқындатады және сиымдылығы 1000 см^3 өлшемді құтыға сандық түрде салады. Үстіне 20 см^3 азот қышқылын қосады және көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді де араластырады.

5.3 Аммоний гептамолибдаты [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}xH_2O$] (4-сулы, молибден қышқылды аммоний), 50 г/дм^3 ерітінді.

50г аммоний гептамолибдат тетрагидратын 800 см^3 жылы сумен ерітеді (температурасы шамамен 50°С). Ерітіндіні салқындатады және сиымдылығы 1000 см^3 өлшемді құтыға сандық түрде салады. Көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді де араластырады.

5.4 Бояушы реактив

Ерітілген азот қышқылының бір көлемін аммоний мононванадатының бір көлемімен араластырады, содан соң үстіне аммоний гептамолибдат ерітіндісінің бір көлемін қосады да араластырады. Осыған байланысты боялатын реактивтің түсі ашық сары түстен, түссізге дейін өзгеруі қажет.

5.5 Фосфат, салмақтық шоғырының негізгі ерітіндісі –(Р) 218 мг/дм^3; (P_2O_5) 500 мг/дм^3.

(103+2)°С температурада алдын ала 3 күн кептірілген және ылғалсорғышта салқындатылған 958,8 мг калий дегидроортофосфатын (KH_2PO_4) суда ерітеді.

Сиымдылығы 1000 см^3 өлшемді құтыға сандық түрде салады да белгіге дейін сумен жеткізеді және араластырады.

5.6 0,05-тен 0,30 мг/см^3-тан тұратын фосфат, стандартты ерітінділер (градуирленген).

Сиымдылығы 100см3 өлшемді құтыға 10, 20, 30, 40, 50 және 60 см^3 негізгі фосфат ерітіндісін түтікшемен немесе өлшеу табақшалармен құяды. Әр құтыға 10 см^3 азот қышқылынан қосады. Көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді де араластырады.

Алынған градустелген ерітінділер құрамында сәйкесінше 0,05; 0,10, 0,15; 0,20; 0,25 және 0,30 мг/см^3 P_2O_5 болады.

5.7 Бақылау ерітіндісі

Сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға түтікшемен 2 см^3 азот қышқылын және 30 см^3 бояу реактивін құяды. Көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді де араластырады.

6 Аппаратура және өлшеу құралдары.

Кәдімгі зертханалық жабдықтар қолданылады және сондай-ақ:

Гомогендеуші немесе саңылау диаметрі 4 мм-ден аспайтын торлы электр және механикалық ет турағыш;

100°С деңгейінде температураны қамтамасыз ететін сулы монша;

құрамында фосфаттар болмайтын ,диаметрі 15 см қатпарлы сүзгі қағаз;

өлшеуді (430±2) нм толқын ұзындығында қамтамасыз ететін спектрофотометр немесе сіңудің жоғарғы шегі (430±2) нм толқын ұзындығында болатын жарық сүзгілі фотоэлектрлік колориметр;

қалыңдығы 10 мм болатын шыны астаушалар;

±0,001 г ауытқулар рұқсат етілген аналитикалық таразылар;

сиымдылығы 100 см және 1000 см^3-тен тұратын бір белгідегі өлшеу құтылары;

сиымдылығы 10, 20 см^3 ±0,2% кінараты рұқсат етілетін өлшеу түтікшелері;

сиымдылығы 50 см^3 ±0,2 кінаратты рұқсат етілген өлшеу табақшалары;

муфельдік пеш.

Е с к е р т п е: Барлық шыны ыдыстарды құрамында фосфаты жоқ жуғыш сабындармен жақсылап жуады, содан соң дистилденген сумен шаяды.

7 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу ГОСТ 51447 бойынша.

Сынамалар талғамды, сондай-ақ тасымалдау және сақтау кезінде тағамның сапасы бұзылмаған және өзгермеген болуы керек.

Талғамды сынамалардан салмағы 200г-нан кем емес сынамаларды таңдайды.

Сынамаларды химиялық құрамының өзгеріп бүлінбеуін болдырмайтындай етіп сақтау керек.

8 Сынамаларды дайындау

8.1 Сынамаларды екі рет ет тұрағыштан өткізіп, ұсақтайды және әбден араластырады. Бұл жағдайда үлгілердің температурасы 25°С-тан аспауы керек.

8.2 Ұсақталған сынамаларды 24 сағаттан артық емес, тағам құрамының бүлінбеуін және өзгермеуін жібермей, ауа кірмейтін, тұмшаланған жабық ыдыстарда сақтайды.

9 Сынақ жүргізу әдістемесі

9.1 Дайындалған сынамалардың 5г-дейін үшінші ондық белгіге дейінгі дәлдікпен өлшейді.

9.2 Өлшендінің минералдануын [3] сәйкес муфельді пеште жүргізеді.

9.3 Алынған күлді 10 $см^3$ азот қышқылында, шыны таяқшамен араластырып ерітеді.

9.4 От бақырашты сағат шынысымен жабады және 30 минут бойы қайнаған сулы моншада қыздырады, салқындатады және сиымдылығы 100 $см^3$ өлшемді құтыға сұйықты аударады. Көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді, араластырады және алғашқы 5-10 $см^3$ сүзілетін затты лақтырып тастап, қағаз сүзгі арқылы сүзеді.

9.5 Сиымдылығы 100 $см^3$ өлшемді құтыға түтікшемен 20 $см^3$ боялатын реактивті қосады. Құтының ішіндегіні су белгісіне дейін жеткізеді, араластырады және 15 минуттан кем емес ұстайды.

9.6 Спектрометр немесе жарық сүзгішті фотоэлектрлік колориметрді пайдаланып, бақылау ерітіндісін салыстырмалы түрде шыны табақшада толқынның ұзындығы (430±2) нм болғанда ерітіндінің оптикалық тығыздығын өлшейді.

9.7 9.1-мен сәйкес тұрғызылған, градуирлі график бойынша үлгі ерітіндісіндегі фосфор концентратын табады.

9.8 Градуирленген график

9.8.1 Сиымдылығы 100 $см^3$ өлшемді құтыларға түтікшемен 20 $см^3$-ден әрбір градуирленген (стандартты) фосфор ерітіндісін құяды.

Осы ерітіндіге 30 $см^3$-ден боялатын реактивті қосады. Сәйкес 10, 20, 40, 50 және 60 мкг/$см^3$ P_2O_5 концентрациясын алу үшін белгіге дейін көлемін сумен жеткізеді. Құты ішіндегіні араластырады және 15 минуттан кем емес ұстайды.

9.8.2 Оптикалық тығыздығын 9.6-мен сәйкес өлшейді.

9.8.3 Бөлінген нүктелер арқылы тіке сызықтар және координаттық басын жүргізіп, ерітілген стандартты фосфат ерітіндісінің концентрациясына сәйкес қарсы өлшенген оптикалық тығыздықтың мәнін кейінге қалдырып, градуирлік график тұрғызады.

Талдаудың әрбір бөлімі үшін жаңа градуирленген график құрады.

9.9 9.1-9.3-ке сәйкес бірдей жағдайда екі бірдей анықтаулар жүргізеді.

10 Нәтижелерді өңдеу

Фосфор пентаоксидінің (фосфордың бес оксиді) салмақтық үлесі түрінде байқалған жалпы фосфордың салмақтық үлесін X, %, төмендегі формула бойынша есептейді:

$$X = \frac{c}{20m}; \quad (1)$$

мұнда, с-градустелген график бойынша табылған, фосфордың бес оксидінің концентрациясы, мкг/см^3;

m - өлшендінің салмағы, г.

Есептеуді үшінші ондық белгіге дейін жүргізеді.

11 Әдіс дәлдігін бақылау

Әдіс дәлдігі [1], [2] сәйкес тек шұжық өнімдері үшін зертханааралық сынақтармен белгіленген.

11.1 Сол әдісті қолданғанда, сол бір үлгіде, бір зертханада, сол оператормен сол жабдықтарды пайдаланып алынған, аз уақыт ішінде орындалған, екі жақты анықтауыш аралық нәтижесінің салыстырмалы ұқсастығы 0,007% аспауы керек.

Соңғы нәтиже үшін егер екінші ондық белгіге дейін дөңгелектеп, ұқсастық жағдайы қанағаттандырса, екі жақты анықтауыштың арифметикалық орташа мәні қабылданады.

11.2 Қайталанғыштық

Сол бір тәсілді қолданғанда, сол үлгіде әр түрлі зертханаларда, әр түрлі оператормен, әр түрлі жабдықтарды пайдаланып алынған екі тәуелсіз анықтауыш нәтижесі аралығындағы салыстырмалылық 0,017%-тен аспауы керек.

12 Сынақ нәтижелерін рәсімдеу

Сынақ хаттамасында мынадай ақпараттарды көрсетеді:

- үлгілер алғандағы сәйкес әдіске сілтеме;
- қолданылатын әдіске сілтеме;
- алынған нәтижелер;
- ұқсасты.

Нәтижеге әсер берген осы стандартпен қарастырылмаған немесе міндетті емес деп есептейтін сынақ хаттамасында сынақты жүргізудегі барлық нақтылықтар көрсетілуі керек.

Сынақ хаттамасында үлгі түрін толығымен сәйкестендіру үшін қажетті барлық ақпараттар қамтылуы керек.

А қосымшасы
(анықтамалық)

Библиография

[1] Неміс Гастрономия Индустриясының федералдық одағы. Гастрономия индустриясына арналған зерттеулер әдісі. Бонн, германия, 1978

[2] Етте және ет өнімдеріндегі жалпы фосфорды анықтау. 35 LMGB кейін қолданыстағы зерттеулердің жалпы жинағы, 06.00-9 әдісі, «Beuth» баспасы, Берлин, 1992ж., желтоқсан

[3] ИСО 936-98 Ет және ет өнімдері. Күлді анықтау.

ӘОЖ 637.5:543.06:006.354 МСЖ 67.120.10 Н19 ЭӘТЭЖ 9209, 9210

Түйінді сөздер: ауыл шаруашылық өнімдері, жануар тектес өнімдер, тамақ өнімдері, ет, құс еті, ет өнімдері, химиялық талдаулар, фосфордың мөлшерін анықтау, спектрофотометрлік әдістер, спектрометрлік талдаулар

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Мясо и мясные продукты

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА

СТ РК 1486-2005

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Научно-производственный центр перерабатывающей и пищевой промышленности» Министерства сельского хозяйства Республики Казахстан, Техническим комитетом по стандартизации «Продукты питания» - ТК №31

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 28 декабря 2005 года № 498

3 Гармонизирован посредством применения ГОСТ 51447-99 (ИСО 3100-1-91) «Мясо и мясные продукты. Метод отбора проб», ИСО 936-98 «Мясо и мясные продукты. Определение золы»

4 В настоящем стандарте реализованы нормы законов Республики Казахстан: "О техническом регулировании", "О защите прав потребителей", "О языках в Республике Казахстан", "О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения", «О качестве и безопасности пищевых продуктов»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2010 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Мясо и мясные продукты
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА

Дата введения 2007-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо и мясные продукты (далее – мясо) и устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора.

Характеристики точности измерений, приведенные в настоящем стандарте, относятся только к колбасным изделиям.

Методика, изложенная в настоящем стандарте, может быть использована для определения общего фосфора в мясе для научных исследований.

Стандарты Российской Федерации, приведенные в настоящем стандарте применяются в порядке, установленном СТ РК 1.9.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК 1.9-2003 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных нормативных документов по стандартизации, метрологии, сертификации и аккредитации.

ГОСТ Р 51447-99 (ИСО 3100-1-91) Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб.

ГОСТ Р 51482-99 (ИСО 13760-96) Мясо и мясные продукты. Спектрометрический метод определения массовой доли общего фосфора.

3 Определения

В настоящем стандарте применяют термин по ГОСТ Р 51482:

Массовая доля общего фосфора в мясе и мясных продуктах: Массовая доля фосфора, определенная в соответствии с методикой, изложенной в настоящем стандарте, и выраженная как массовая доля пентоксида (пятиокиси) фосфора в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на минерализации навески, реакции взаимодействия фосфора с монованадатом аммония и гептамолибдатом аммония с образованием соединения желтого цвета и фотометрическом измерении оптической плотности при длине волны 430 нм.

5 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитического качества (на ниже х.ч.). Используемая вода должна быть дистиллированной или деминерализованной, или эквивалентной чистоты.

Издание официальное

5.1 Кислота азотная, разбавленная 1:2 (по объему).

Смешать один объем азотной кислоты (65%; ρ_{20}=1,40 г/см^3) с двумя объемами воды.

5.2 Монованадат аммония (NH_4VO_3) (аммоний ванадиевокислый мета), раствор 2,5 г/дм^3. Растворяют 2,5 г монованадата аммония в 500 см^3 кипящей воды. Полученный раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Добавляют 20 см^3 азотной кислоты, доводят объем до метки водой и перешивают.

5.3 Гептамолибдат аммония [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}x4H_2O$] (аммоний молибденовокислый, 4-водный), раствор 50 г/дм^3.

Растворяют 50 г тетрагидрата гептамолибдата аммония примерно в 800 см^3 теплой воды (температура приблизительно 50^{0}С). Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

5.4 Окрашивающий реактив

Смешивают один объем разбавленной азотной кислоты с одним объемом раствора монованадата аммония. Затем добавляют один объем раствора гептамолибдата аммония и перемешивают. При этом цвет окрашивающего реактива должен измениться от светло-желтого до бесцветного.

5.5 Фосфат, основной раствор массовых концентраций, с (Р)=218 мг/дм^3; с (P_2O_5)=500 мг/дм^3.

Растворяют в воде 958,8 мг дигидроортофосфата калия (KH_2PO_4), предварительно высушенного в течение 3 ч при температуре (103±2)^{0}С и охлажденного в эксикаторе.

Количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Доводят водой до метки и перемешивают.

5.6 Фосфат, стандартные (градуировочные) растворы, содержащие от 0,05 до 0,30 мг/см^3 P_2O_5.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой или бюреткой 10, 20,30,40,50 и 60 см^3 основного раствора фосфата. Добавляют в каждую колбу по 10 см^3 азотной кислоты. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

Полученные градуировочные растворы содержат 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг/см^3 P_2O_5 соответственно.

5.7 Контрольный раствор

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 2 см^3 азотной кислоты и 30 см^3 окрашивающего реактива. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

6 Аппаратура и средства измерения

Применяют обычное лабораторное оборудование, а также:

гомогенизатор или мясорубку механическую или электрическую с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,0 мм;

баню водяную, обеспечивающую поддержание температуры на уровне 100^{0}С;

фильтр бумажный складчатый диаметров 15 см, не содержащий фосфатов;

спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (430±2) нм, или фотоэлектрический колориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (430±2) нм;

стеклянные кюветы толщиной слоя 10 мм;

весы аналитические с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,001 г;

колбы мерные с одной меткой вместимостью 100 и 1000 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ±0,2%;

пипетки мерные вместимостью 10, 20 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ±0,2%;

бюретки вместимостью 50 см^3 и допускаемой относительной погрешностью 0,2 %;

муфельную печь.

Примечание - Всю стеклянную посуду тщательно моют моющим средством, не содержащим фосфатов, затем ополаскивают дистиллированной водой.

7 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ Р 51447.

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

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

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

8 Подготовка пробы

8.1 Пробу измельчают, дважды пропуска через мясорубку и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более 25^0С.

8.2 Измельченную пробу хранят не более 24 ч в воздухонепроницаемом, герметически закрытом сосуде, не допуская порчи и изменения состава продукта.

9 Методика проведения испытаний

9.1 Около 5 г подготовленной пробы взвешивают с точностью до третьего десятичного знака.

9.2 Минерализацию навески проводят в муфельной печи в соответствии [3].

9.3 Полученную золу растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, помешивая стеклянной палочкой.

9.4 Тигель накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 30 мин на кипящей водяной бане, охлаждают и количественно переносят жидкость в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят объем до метки водой, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые 5-10 $см^3$ фильтрата.

9.5 В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят пипеткой 20 $см^3$ прозрачного и бесцветного фильтрата и добавляют пипеткой или из бюретки 30 $см^3$ окрашивающего реактива. Содержимое колбы доводят до метки водой, перемешивают и выдерживают не менее 15 мин.

9.6 Измеряет оптическую плотность раствора при длине волны (430±2) нм стеклянном кювете относительно контрольного раствора, используя спектрометр или фотоэлектрический колориметр со светофильтром.

9.7 По градуировочному графику, построенному в соответствии с 9.3, находят концентрацию фосфора в растворе образца.

9.8 Градуировочный график

9.8.1 В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ пипеткой вносят по 20 $см^3$ каждого градуировочного (стандартного) раствора фосфата.

К этим растворам добавляют по 30 $см^3$ окрашивающего реактива. Доводят объем до метки водой для получения концентраций 10, 20, 40, 50 и 60 мкг/$см^3$ P_2O_5, соответственно. Содержимое колбы перемешивают и выдерживают не менее 15 мин.

9.8.2 Измеряют оптическую плотность в соответствии с 9.6.

9.8.3 Строят градуировочный график, откладывая измеренные значение оптической плотности против соответствующих концентраций разбавленных стандартных растворов фосфата и проводя прямую линию через отложенные точки и начала координат.

Для каждой серии анализов строят новый градуировочный график.

9.9 Проводят два единичных определения в одинаковых условиях в соответствии с 9.1 -9.3.

10 Обработка результатов

Массовую долю общего фосфора X (%), выраженную в виде массовой доли пентаоксида фосфора (пятиокиси фосфора), вычисляют по формуле:

$$X = \frac{c}{20m} \qquad (1)$$

где c – концентрация пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

m – масса навески, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

11 Контроль точности метода

Точность метода установлена межлабораторными испытаниями в соответствии с [1], [2] только для колбасных изделий.

11.1 Сходимость Расхождение между результатами двух единичных определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в одной лаборатории, одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования, выполненными за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,007%.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух единичных определений, если удовлетворяются условия сходимости, округленное до второго десятичного знака.

11.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно превышать 0,0117%.

12 Оформление результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на метод, в соответствии с которым производился отбор проб;
- ссылку на используемый метод;
- полученные результаты;
- сходимость.

В протоколе испытаний должны быть отражены все подробности проведения испытания, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными, которые могли повлиять на результат.

Протокол испытаний должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1] Федеральный союз Немецкой Индустрии Гастрономии. Методы исследования для индустрии гастрономии. Бонн, Германия, в 1978.

[2] Определение общего фосфора в мясе и мясных изделиях. Официальная коллекция исследований, действующих после 35 LMGB, Метод 06.00-9, «Beuth» издательство. Берлин, декабрь в 1992.

[3] ИСО 936-98 Мясо и мясные продукты. Определение золы.

УДК 637.5:543.06:006.354 **МКС 67.120.10** **КПВЭД 15.1**

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, продукты животного происхождения, пищевые продукты, мясо, мясо птицы, мясные продукты, химические анализы, определение содержания фосфора, спектрофотометрические методы, спектрометрический анализ

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru