ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания азота (арбитражный метод)

СТ РК ГОСТ Р 50453-2009

ГОСТ Р 50453-92 Мясо и мясные продукты. Определение содержания азота (арбитражный метод (IDT)

Издание официальное

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и техническим комитетом по стандартизации № 44 «Технолог» (товарищество с ограниченной ответственностью «Эксперт-Консалтинг»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и новых технологии Республики Казахстан от 17 августа 2009 года № 418-од

3 Настоящий стандарт идентичен национальному стандарту Российской Федерации ГОСТ Р 50453-92 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания азота (арбитражный метод)»,с дополнительными требованиями, которые по тексту выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Республики Казахстан «О техническом регулировании», «Об обеспечении единства измерений», технического регламента «Требования к безопасности мяса и мясной продукции»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2014 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячно информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликовано в информационном указателе «Государственные стандарты»

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 новых технологии Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания азота (арбитражный метод)

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо и мясные продукты и устанавливает метод определения массовой доли азота в мясе и мясопродуктах.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации.

СТ РК 2.75-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок аттестации испытательного оборудования.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения.

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 26889-86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля.

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 31104-2002 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб.

ПРИМЕЧАНИЕ. При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. 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 применяется следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **Массовая доля азота в мясе и мясных продуктах**: Количество азота, соответствующее количеству аммиака, образовавшемуся и измеренному в условиях, изложенных в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Сжигание навески концентрированной серной кислоты при использовании катализатора - сульфата меди (II) с целью превращения органического азота в ионы аммония, подщелачивание, дистилляции высвободившегося аммиака в избыточный раствор борной кислоты, титрование соляной кислотой для определения количества аммиака, связанного борной кислотой, и расчет массовой доли азота в пробе продукта, исходя из количества образовавшегося аммония.

5 Реактивы

5.1 При анализе применяется дистиллированная вода или вода эквивалентной чистоты, реактивы признанной аналитической чистоты:

- сульфат меди (II), пентагидрат ($CuSO_4\ 5H_2O$);
- сульфат калия (K_2SO_4), безводный;
- серная кислота, ρ_{20} 1,84 г/дм^3;
- раствор гидроокиси натрия, не содержащий карбонат, содержащий приблизительно 33 г гидроокиси натрия (NaOH) на 100 г раствора. Растворить 500 г гидроокиси натрия в 1000 см^3 воды;
- раствор борной кислоты. Растворить 40 г борной кислоты (H_3BO_3) в воде и разбавить до 1000 см^3;
- соляная кислота, 0,1 моль/дм^3 стандартный титрованный раствор, нормальность которого известна до четвертого знака;
- индикаторный раствор. Смесь индикаторов (метиловый красный; метиленовый синий), приготовленная растворением 2 г метилового красного и 1 г метиленового синего в 1000 см^3 95 %-ного *(V/V)* этанола. Изменение окраски индикаторного раствора происходит при pH 5,4. Хранить индикаторный раствор в коричневой стеклянке в темном прохладном месте;
- регуляторы кипения:

а) для минерализации: стеклянные шарики, карбид кремния и осколки твердого фарфора;

б) для дистилляции: карбид кремния или свежепрокаленные кусочки пемзы.

6 Аппаратура

В качестве аппаратуры применяется лабораторное оборудование, а также:

- механический волчок для мяса лабораторного размера, оснащенный решеткой с отверстиями диаметром не более 4 мм;
- бюретка вместимостью 50 см^3 по ГОСТ *29251*;
- колба Кьельдаля, вместимостью не более 800 см^3, оснащенная, если это необходимо, грушевидным стеклянным конусом, свободно помещенным на горлышке колбы;
- прибор для паровой дистилляции или обычный аппарат для дистилляции;
- приспособление для нагрева, на котором можно нагревать колбу Кьельдаля в наклонном положении таким образом, чтобы пламя касалось только той части стенки колбы, которая находится ниже уровня жидкости.

Для нагревания газом подходящим приспособлением является асбестовая пластина с круглым отверстием, так что свободное пламя воздействует только на самую нижнюю часть колбы;

- эффективное приспособление для отсасывания кислых паров, которые выделяются при минерализации;
- аналитические весы по *ГОСТ 24104*.

Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, поверке средств измерений в соответствии с СТ РК 2.4 и внесению в реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, испытательное оборудование подлежат аттестации в соответствии с СТ РК 2.75.

7 Отбор проб

7.1 Отбор представительной пробы массой не менее 200 г - по ГОСТ 31104.

7.2 Хранят образец таким образом, чтобы избежать порчи и изменения состава. Консерванты, если их используют, не должны содержать значительное количество азотистых соединений.

8 Методика

8.1 Приготовление опытного образца

Гомогенизировать образец, пропуская его минимум дважды через волчок и перемешивая. Хранить образец в герметично закупоренной до конца заполненной стеклянной банке таким образом, чтобы избежать порчи и изменения состава. Анализировать образец по возможности сразу после гомогенизации, но не позднее чем через 24 ч.

8.2 Навеска для проведения анализа

Поместить несколько регуляторов кипения в колбу Кьельдаля, затем добавить примерно 15 г безводного сульфата калия и 0,5 г сульфата меди (II).

Отвесить с точностью до 0,001 г примерно 2 г (или 1,5 г в том случае, если образец содержит большое количество жира) опытного образца на кусочек жиронепроницаемой бумаги.

Поместить жиронепроницаемую бумагу и навеску в колбу Кьельдаля.

8.3 Определение

Добавить 25 $см^3$ серной кислоты в колбу Кьельдаля. Перемешать, слегка вращая колбу с жидкостью. Если необходимо, можно вставить грушевидный стеклянный конус в горловину колбы тонким концом вниз.

Поместить колбу в наклонном положении (под углом около 40° от вертикального положения) на нагревательное устройство. Сначала колбу слегка нагреть до окончания пенообразования и до полной минерализации содержимого. Затем продолжить минерализацию при энергичном кипении, время от времени поворачивая колбу, до тех пор, пока жидкость не станет абсолютно прозрачной и не приобретет светлую зелено-голубую окраску. Продолжать кипятить жидкость еще в течение 90 мин.

Общая продолжительность минерализации не должна быть меньше 2 ч. Следить за тем, чтобы содержимое колбы не попадало на наружную поверхность колбы. Не допускать чрезмерного улетучивания серной кислоты в результате перегрева во время минерализации, так как это может вызвать потерю азота.

Охладить до 40 °С и осторожно добавить примерно 50 $см^3$ воды. Перемешать и продолжить охлаждение.

Налить в коническую колбу вместимостью примерно 500 $см^3$ 50 $см^3$ раствора борной кислоты из мерного цилиндра, добавить 4 капли индикаторного раствора, перемешать и подсоединить колбу к холодильнику дистилляционного аппарата таким образом, чтобы выходное отверстие наконечника погрузилось в жидкость.

Обработать содержимое колбы Кьельдаля одним из следующих способов:

а) при паровой дистилляции:

поместить содержимое колбы Кьельдаля в аппарат для дистилляции и промыть колбу примерно 50 $см^3$ воды. Добавить 100 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с помощью мерного цилиндра, осторожно вливая вдоль наклонного горлышка колбы таким образом, чтобы два слоя содержимого колбы не перемешивались. После этого немедленно присоединить колбу к перегонной насадке дистилляционного аппарата. Нагреть щелочную жидкость, пропуская через нее пар до начала кипения и кипятить в течение 20 мин. Сначала слегка нагревать до небольшого образования пены. Собранное количество дистиллята должно быть не менее 150 $см^3$;

б) при обычной дистилляции:

осторожно разбавить содержимое колбы Кьельдаля примерно 30 $см^3$ воды и перемешать, вращая колбу с жидкостью. Если необходимо, перелить все в колбу вместимостью 1000 $см^3$. Примерно через 15 мин добавить 100 $см^3$ раствора гидроокиси натрия из мерного цилиндра, осторожно наливая вдоль наклонного горлышка колбы таким образом, чтобы два слоя в колбе не перемешивались. Сразу же после этого присоединить колбу к перегонной насадке дистилляционного аппарата.

Перегнать примерно 150 $см^3$ жидкости, даже если смесь иногда вскипает. Продолжить дистилляцию до тех пор, пока смесь не начнет иногда вскипать, или до тех пор, пока не будет собрано 250 $см^3$

дистиллята. Необходимо проверить, достаточно ли охлажден дистиллят, и не допускать нагревания раствора борной кислоты.

В любом случае опустить коническую приемную колбу до завершения дистилляции таким образом, чтобы выходное отверстие наконечника располагалось над уровнем жидкости. Промыть выходное отверстие наконечника небольшим количеством воды. Проверить окончание дистилляции аммиака с помощью красной лакмусовой бумажки, смоченной дистиллированной водой; ее цвет не должен измениться под влиянием капель из конденсатора. Нагревание прекращают. Если дистилляция еще не завершена, проводят повторное определение, тщательно выполняя методические указания.

Оттитровать содержимое конической приемной колбы раствором соляной кислоты. Объем соляной кислоты, используемой на титрование, определить с точностью до 0,02 $см^3$.

Проводить два параллельных определения одного и того же образца.

8.4 Контрольный опыт

Всегда проводить контрольный опыт (дважды), когда используются свежие партии реактивов или свежеприготовленные растворы. Рекомендуется проводить слепой опыт обычно для реактивов и растворов, которые уже были использованы в течение какого-то времени. Проводить слепой опыт в соответствии с 8.3, используя только кусочек жиронепроницаемой бумаги.

9 Выражение результатов

9.1 Метод подсчета и формула

Массовую долю азота в процентах от массы продукта вычисляют по формуле 1:

$$0{,}0014 \cdot (V_1 - V_0) \cdot \frac{100}{m}, \qquad (1)$$

где V_o - объем 0,1 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты, необходимый для проведения слепого опыта, $см^3$;

V_1 - объем 0,1 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты, необходимый для определения, $см^3$;

m - масса навески, г.

ПРИМЕЧАНИЕ Если используемый стандартный титрованный раствор соляной кислоты не имеет точно такую концентрацию, как указано в разделе 5, то необходимо для подсчета результата использовать соответствующий поправочный коэффициент.

В качестве окончательного результата берут среднеарифметическое значение результатов двух определений в том случае, если требование воспроизводимости анализа по 9.2 удовлетворено. Результат приводят с точностью до 0,01 г азота на 100 г образца.

9.2 Точность

Точность метода была установлена межлабораторными испытаниями, проведенными согласно ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6.

9.3 Воспроизводимость анализа

Разница между результатами двух определений, выполненных почти одновременно или с небольшим промежутком времени одним и тем же химико-аналитиком, не должна превышать 0,10 г азота на 100 г образца.

10 Примечание по методике

10.1 Определение необходимости проводить в лаборатории свободной от паров аммиака.

10.2 Возможно также определять азот в кратном количестве содержимого колбы Кьельдаля. При этих условиях может потребоваться соответствующая модификация приборов и методики (количество и концентрация используемых реактивов, продолжительность дистилляции, объем дистиллята). Эти модификации необходимо отразить в отчете об эксперименте.

10.3 Азот, образующийся из небелковых соединений, также будет включен в определение и даст неточные результаты по содержанию азота.

Если в дополнение к результату по азоту необходимо привести результат по белку, нужно указать коэффициент.

11 Протокол испытания

В протоколе испытания должен быть указан использованный метод и полученный результат по азоту. Если результат по белку также необходим, нужно указать коэффициент. Должны быть указаны условия проведения испытания, которые не указаны в настоящем стандарте или считаются необязательными (в частности, если определение проводят в кратном количестве содержимого колбы Кьельдаля, по 10.2), а также любые обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

В отчете должны быть указаны все детали, необходимые для полной идентификации образца.

УДК 637.1/3:577.115:543.006.354 **МКС 67.120.10**

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, массовая доля азота, арбитражный метод, реактив, индикаторный раствор

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