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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
9794—
2015**

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения содержания общего фосфора

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

(Поправка)

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 марта 2016 г. № 206-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9794—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 9794—74

6 ИЗДАНИЕ (ноябрь 2019 г.) с Поправкой (ИУС 6—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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения содержания общего фосфора

Meat products.
Methods for the determination of total phosphorus content

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды мяса, включая мясо птицы, мясную продукцию и устанавливает гравиметрический и спектрофотометрический методы определения массовой доли общего фосфора.

При разногласиях по результатам испытаний массовую долю общего фосфора определяют гравиметрическим методом.

(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 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 195 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

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

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3652 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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

Издание официальное

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 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 10931 Реактивы. Натрий молибденовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19627 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. 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 29227 (ИСО 535-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

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) 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 применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **массовая доля общего фосфора в продукте:** Массовая доля фосфора, входящего в состав мяса или других видов сырья, определенная методами, изложенными в настоящем стандарте, и выраженная как массовая доля фосфора в процентах.

3.2 **массовая доля фосфатов в пересчете на P_2O_5:** Массовая доля общего фосфора в пересчете на P_2O_5, выраженная в процентах.

---

* 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 Требования безопасности и условия проведения 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.

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.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Фильтр бумажный складчатый диаметром 15 см, не содержащий фосфатов.

Спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (630 ± 2) нм, или фотоэлектроколориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (630 ± 2) нм, укомплектованный стеклянными кюветами с длиной рабочей грани 10 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.

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

Шкаф сушильный, способный поддерживать температуру (200 ± 5) °С.

Колбы Къельдаля 2-100-14 или 2-250-29 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1-1-1-1; 1-1-1-2; 1-1-1-5; 1-1-1-10; 1-1-1-25 по ГОСТ 29227.

Эксикатор по ГОСТ 25336, содержащий эффективный осушитель.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бюретка 1-1-2-25-0,1 или 1-2-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Хинолин 98 %.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, х. ч.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Воронки фильтрующие ВФ-1-32 ПОР 100 или ВФ-1-32 ПОР 160 по ГОСТ 25336.

Колбонагреватель лабораторный для круглодонных колб.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Стаканы В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом 1-250 по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Колба коническая Кн-2-50-18 ТХС по ГОСТ 25336.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Фенолфталеин, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.
Натрий сернистокислый по ГОСТ 195, х. ч.
Натрий молибденовокислый 2-водный по ГОСТ 10931, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Ацетон по ГОСТ 2603.
Маркер.
Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования и посуды с техническими характеристиками не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 7269, ГОСТ 9792, ГОСТ 8756.0, ГОСТ 31467.
Проба должна быть представительной, 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 и изменение химического состава.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2 Подготовка проб

Пробу измельчают на гомогенизаторе или дважды пропускают через мясорубку и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более 25 °С. Подготовленную пробу помещают в воздухонепроницаемую емкость, закрывают крышкой и хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 5 сут.

7 Гравиметрический метод

7.1 Сущность метода

Метод основан на минерализации пробы азотной и серной кислотами, осаждении фосфора в виде фосфомолибдата хинолина и определении массы осадка после фильтрования.

7.2 Приготовление реактивов

7.2.1 Приготовление осаждающего реактива

7.2.1.1 Раствор 1
70 г молибденовокислого натрия растворяют в 150 $см^3$ дистиллированной воды.
7.2.1.2 Раствор 2
60 г лимонной кислоты растворяют в 150 $см^3$ дистиллированной воды и добавляют 85 $см^3$ азотной кислоты.
7.2.1.3 Раствор 3
К 100 $см^3$ дистиллированной воды добавляют 35 $см^3$ азотной кислоты и 5 $см^3$ хинолина.
7.2.1.4 Осаждающий реактив
К раствору 1 при непрерывном перемешивании добавляют раствор 2. К полученной смеси растворов добавляют раствор 3, перемешивают и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С 24 ч. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 280 $см^3$ ацетона, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.
Реактив хранят в посуде из темного стекла при температуре (20 ± 2) °С не более 3 мес.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.3 Проведение испытаний

7.3.1 3 г подготовленной пробы взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака и переносят в колбу Къельдаля, добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты, устанавливают в

колбонагреватель в наклонном положении под углом 40° и нагревают в течение 5 мин. Затем колбу охлаждают, добавляют 5 см^3 серной кислоты и продолжают нагревание. В процессе минерализации при потемнении раствора периодически добавляют азотную кислоту. Нагревание продолжают до обесцвечивания минерализата и появления паров белого цвета. После этого колбу охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, добавляют 15 см^3 дистиллированной воды, нагревают в течение 10 мин и охлаждают.

7.3.2 В стакан вместимостью 250 см^3 наливают цилиндром 100 см^3 дистиллированной воды и маркером отмечают наливной объем. Воду выливают. Минерализат количественно переносят в стакан, добавляют 10 см^3 азотной кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см^3 .

7.3.3 В разбавленный минерализат добавляют 50 см^3 осаждающего реактива.

Стакан закрывают часовым стеклом, кипятят содержимое на электроплитке в течение 1 мин и охлаждают до комнатной температуры, периодически перемешивая.

7.3.4 Фильтрующие воронки высушивают в сушильном шкафу при температуре (200 ± 5) ºС в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

7.3.5 Содержимое стакана с образовавшимся осадком желтого цвета фильтруют через фильтрующие воронки с помощью водоструйного насоса в колбу с тубусом.

7.3.6 Количественно перенесенный на фильтр осадок, промывают пятью порциями воды по 25 см^3.

7.3.7 Фильтр с осадком высушивают в сушильном шкафу при температуре (200 ± 5) ºС в течение 60 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

7.4 Обработка результатов

Массовую долю общего фосфора (Р) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}0146 \cdot (m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где 0,0146 — найденный эмпирически коэффициент для вычисления фосфора в осадке фосфомолибдата хинолина;

m_2 — вес фильтра с осадком фосфомолибдата хинолина, г;

m_1 — вес фильтра, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы, г.

Вычисление проводят до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, если удовлетворяются условия повторяемости (сходимости).

Массовую долю фосфатов в пересчете на (P_2O_5) X_1,%, вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot 2{,}29, \quad (2)$$

где X — массовая доля общего фосфора (Р), %;

2,29 — коэффициент пересчета общего фосфора (Р) в пятиокись фосфора (P_2O_5).

8 Спектрофотометрический метод

8.1 Сущность метода

Метод основан на реакции фосфора с молибденовокислым аммонием в присутствии гидрохинона и сульфита натрия с образованием окрашенного соединения и фотометрическом измерении оптической плотности при длине волны 630 нм.

8.2 Приготовление реактивов

8.2.1 Приготовление раствора карбонатсульфита

8.2.1.1 Раствор 1

40 г углекислобезводного натрия растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды.

8.2.1.2 Раствор 2

7,5 г сернистокислого натрия растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды.

8.2.1.3 К раствору 2 добавляют раствор 1, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр. Приготовленный раствор карбонатсульфита хранят в склянке из темного стекла при комнатной температуре не более 1 мес.

8.2.2 Приготовление раствора молибденовокислого аммония

8.2.2.1 Раствор 3

25 г молибденовокислого аммония растворяют в 300 $см^3$ дистиллированной воды.

8.2.2.2 Раствор 4

75 $см^3$ серной кислоты растворяют в 125 $см^3$ дистиллированной воды.

8.2.2.3 К раствору 3 добавляют раствор 4 и перемешивают. Приготовленный раствор хранят в склянке из темного стекла при комнатной температуре не более 1 мес.

8.2.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации *c*(NaOH) = = 1 моль/$дм^3$

40 г гидроокиси натрия растворяют в 500–600 $см^3$ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.2.4 Приготовление 1 %-ного раствора фенолфталеина

1 г фенолфталеина растворяют в 80 $см^3$ этилового спирта и доводят объем раствора водой до 100 $см^3$. Хранят в местах, защищенных от света.

8.2.5 Приготовление 1 %-ного раствора гидрохинона

1 г гидрохинона растворяют в 99 $см^3$ дистиллированной воды и добавляют одну каплю серной кислоты. Раствор готовят в день использования.

8.2.6 Приготовление основного раствора фосфата

4,394 г фосфорнокислого однозамещенного калия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют пять капель хлороформа, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.2.7 Приготовление стандартного раствора фосфата

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

8.2.8 Приготовление контрольного раствора

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят пипеткой 3 $см^3$ воды, 2 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, 2 $см^3$ раствора гидрохинона. Выдерживают при температуре (20 ± 2) °С 10 мин, добавляют осторожно по каплям 10 $см^3$ раствора карбонатсульфита. Содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.3 Построение градуировочного графика

8.3.1 В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят 1, 2, 3, 4, 5, 6 $см^3$ стандартного раствора фосфата.

К этим растворам добавляют по 2 $см^3$ раствора молибденовокислого аммония, 2 $см^3$ раствора гидрохинона. Выдерживают при температуре (20 ± 2) °С 10 мин, добавляют осторожно по каплям 10 $см^3$ раствора карбонатсульфита.

Доводят объем до метки дистиллированной водой для получения содержаний 0,02, 0,04, 0,06, 0,08, 0,10, 0,12 мг фосфора в 100 $см^3$ раствора соответственно. Содержимое колб перемешивают и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С 15 мин.

8.3.2 Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (630 ± 2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

8.3.3 По полученным средним данным измерений трех стандартных растворов строят градуировочный график, откладывая измеренные значения оптической плотности на оси абсцисс против соответствующих градуировочных растворов фосфора на оси ординат и проводя прямую линию через отложенные точки и начало координат.

8.4 Проведение анализа

8.4.1 3 г подготовленной пробы взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, переносят в колбу Къельдаля, добавляют 15 $см^3$ серной кислоты, устанавливают в кол-

бонагреватель в наклонном положении под углом 40° и нагревают в течение 5 мин. Колбу охлаждают, добавляют 10 см^3 перекиси водорода и продолжают нагревание. При потемнении раствора, содержимое колбы охлаждают, добавляют 5—10 см^3 перекиси водорода и продолжают нагревание. Нагревание и добавление перекиси водорода продолжают до тех пор, пока минерализат в колбе после кипячения в течение 15 мин не будет бесцветным и прозрачным. После этого колбу охлаждают, добавляют 10—15 см^3 воды и доводят до кипения. Минерализация считается законченной, если бесцветный прозрачный минерализат не темнеет при охлаждении.

8.4.2 Минерализат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

8.4.3 4 см^3 разбавленного минерализата вносят в коническую колбу вместимостью 50 см^3, добавляют две–три капли 1 %-ного раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 сек.

8.4.4 4 см^3 разбавленного минерализата вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют раствор гидроокиси натрия (в количестве, эквивалентном раствору гидроокиси натрия, пошедшему на титрование 4 см^3 минерализата), 2 см^3 раствора молибденовокислого аммония и 2 см^3 раствора гидрохинона. Выдерживают при температуре (20 ± 2) °С в течение 10 мин, и осторожно по каплям вносят 10 см^3 раствора карбонатсульфита. Содержимое колбы доводят водой до метки, перемешивают и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С 15 мин.

8.4.5 Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (630 ± 2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

По градуировочному графику находят концентрацию фосфора в растворе пробы.

8.5 Обработка результатов

Массовую долю общего фосфора X_2 (Р), %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 4 \cdot 1000}, \qquad (3)$$

где C — масса фосфора, содержащегося в 100 см^3 окрашенного раствора, найденная по градуировочному графику (см. 9.3), мг;

250 — общий объем минерализата, см^3;

1000 — пересчет мг в г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы, г;

4 — количество минерализата, взятое для проведения цветной реакции, см^3.

Вычисление проводят до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если удовлетворяются условия повторяемости (сходимости).

Массовую долю фосфатов в пересчете на (P_2O_5) X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = X_2 \cdot 2{,}29, \qquad (4)$$

где X_2 — массовая доля общего фосфора (Р), %;

2,29 — коэффициент пересчета общего фосфора (Р) в пятиокись фосфора (P_2O_5).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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 фосфора (гравиметрический метод)	От 0,02 до 0,2 включ.	15	$0,10x_{ср}$	$0,25X_{ср}$
	Св. 0,2 до 0,4 включ.	8	$0,05x_{ср}$	$0,1X_{ср}$
Массовая доля фосфора (спектрофотометрический метод)	От 0,04 до 0,1 включ.	10	$0,08x_{ср}$	$0,2X_{ср}$
	От 0,1 до 0,4 включ.	6	$0,04x_{ср}$	$0,08X_{ср}$
$x_{ср}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, %; $X_{ср}$ — среднеарифметическое 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) $P = 0,95$ 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—2002 (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, определение содержания, фосфор, спектрофотометрический метод, гравиметрический метод

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 06.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.
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

gost.e-ecolog.ru