МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ 8558.1— 2015

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения нитрита

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 (Росстандарт)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

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

5 ВЗАМЕН ГОСТ 8558.1—78

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

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

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

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения нитрита

Meat products.
Methods for determination of nitrite

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, мясные и мясосодержащие продукты (колбасные изделия, продукты из мяса, полуфабрикаты, кулинарные изделия, консервы), мясо птицы, а также используемые при их производстве нитрит содержащие компоненты (рассолы, посолочные смеси и др.) и устанавливает методы определения массовой доли нитрита натрия.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования номенклатуры видов защиты

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4174—77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-2—2003* 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

ГОСТ 5821—78 Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269—79 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7702.2.0—95 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты птичьи. Методы отбора проб и подготовка к микробиологическим исследованиям

ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 9792—73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26272—98 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

ГОСТ 26678—85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 29224—91 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 применен следующий термин с соответствующим определением:

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

4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

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

4.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

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

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

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

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

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

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

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

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

Емкость воздухонепроницаемая с крышкой.

Холодильник по ГОСТ 26678.

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

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

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

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

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

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

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

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

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, х. ч.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, х. ч.

Вата медицинская по ГОСТ 5556.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х. ч.

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

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

Пыль цинковая.

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

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

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб — по ГОСТ 7269, ГОСТ 9792, ГОСТ 7702.2.0, ГОСТ 8756.0.

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

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

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

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

6.2 Подготовка проб

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

Испытания проводят в течение 24 ч после измельчения.

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

7.1 Сущность метода

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

7.2 Приготовление реактивов

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

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

7.2.2 Приготовление насыщенного раствора буры

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

7.2.3 Приготовление реактивов для осаждения белков

7.2.3.1 Приготовление реактива Каррез 1

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.3.2 Приготовление реактива Каррез 2

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.4 Приготовление реактивов для проведения цветной реакции

7.2.4.1 Приготовление реактива 1

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

7.2.4.2 Приготовление реактива 2

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

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

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

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

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

Массу реактива X, г, вычисляют по формуле

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

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

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

7.2.7 Приготовление стандартных растворов азотистокислого натрия, массовой концентрации $c(NaNO_2)$ 0,1, 0,25 и 0,5 мг/см^3

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

Полученные стандартные растворы, содержат 0,1, 0,25 и 0,5 мг/см^3 нитрита натрия соответственно.

7.2.8 Приготовление контрольного раствора

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

7.3 Построение градуировочного графика

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

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

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

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

7.4 Проведение анализа

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

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

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

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

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

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

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

7.5 Обработка результатов

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

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

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

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса анализируемой пробы, г;

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

10^6 — коэффициент перевода мкг в г;

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

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

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

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

500 — общий объем разбавленного рассола, см^3;

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

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

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

ρ — плотность рассола, г/см^3;

10^6 — коэффициент перевода мкг в г.

Вычисление проводят до пятого десятичного знака.

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

8 Метод, основанный на реакции Грисса

8.1 Сущность метода

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

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

8.2 Приготовление реактивов

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

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

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

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят цилиндром 169,6 см^3 аммиака (ρ_{20} = 0,907 г/см^3), доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

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

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

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

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

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

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.6 Приготовление реактивов для проведения цветной реакции

8.2.6.1 Реактив 1

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

8.2.6.2 Реактив 2

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.2.6.3 Реактив Грисса

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

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

Раствор готовят по 7.2.5.

8.2.8 Приготовление рабочего раствора азотистокислого натрия массовой концентрации $c(NaNO_2) = 0,04$ мг/см^3

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

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

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

Приготовленный раствор хранят не более 1 мес.

8.3 Построение градуировочного графика

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

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

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

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

8.3.5 По полученным средним данным измерений трех рабочих растворов нитрита строят градуировочный график, откладывая измеренные значения оптической плотностипо оси абсцисс против со-

ответствующих концентраций растворов нитрита натрия по оси ординат и проводя прямую линию через отложенные точки и начало координат.

8.4 Проведение испытаний

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

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

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

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

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

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

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

8.5 Обработка результатов

Массовую долю нитрита натрия X_3, %, вычисляют по формуле

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

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

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

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

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

m — масса анализируемой пробы, г;

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

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

10^6 — коэффициент перевода мкг в г.

Вычисление проводят до пятого десятичного знака.

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

9 Метрологические характеристики

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

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

Таблица 1

Наименование определяемого показателя	Показатели точности			
	Диапазон измерений массовой доли, %	Границы относительной погрешности ±δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %
Массовая доля нитрита натрия (спектрометрический метод)	От 0,00002 до 0,005 включ.	15	$0,10x_{ср}$	$0,25X_{ср}$
	Св. 0,005 до 0,012 включ.	8	$0,05x_{ср}$	$0,1X_{ср}$
Массовая доля нитрита натрия (метод, основанный на реакции Грисса)	От 0,00002 до 0,005 включ.	20	$0,15x_{ср}$	$0,3X_{ср}$
	Св. 0,005 до 0,012 включ.	12	$0,08x_{ср}$	$0,15X_{ср}$
$x_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %; $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %.				

Расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, значения которого приведены в таблице 1.

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

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, %;
r — предел повторяемости, %.

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

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

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, %;
R — предел воспроизводимости, %.

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

10 Контроль точности результатов измерений

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

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

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

УДК 637.5.07:006.354 МКС 67.120.10

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

Редактор *Д.А. Мезинова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *К.Л. Чубанова*

Сдано в набор 01.04.2016. Подписано в печать 05.04.2016. Формат 60×841/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 48 экз. Зак. 950.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru