МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33424— 2015

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение магния методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

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 22 июля 2015 г. № 78-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 сентября 2015 г. № 1352-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33424—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ
Определение магния методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

Meat and meat products.
Determination of magnesium by flame atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды мяса, включая мясо птицы, мясные и мясосодержащие продукты, в т. ч. специализированную пищевую продукцию, диетического, лечебного и диетического профилактического питания, и устанавливает спектрометрический метод пламенной атомной абсорбции для определения магния в диапазоне измерений от 0,1 до 500,0 мг/кг.

Требования к показателю, контролируемому стандартизированным методом, приведены в нормативных документах на конкретный вид продукции, для специализированной пищевой продукции, диетического, лечебного и диетического профилактического питания приведены в [1].

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 и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения 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 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

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

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

---

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

** 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».

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

ГОСТ 31671—2012 (EN 13805:2002) Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

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 применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **атомно-абсорбционная спектрометрия:** Метод количественного элементного анализа по атомным спектрам поглощения (абсорбции).

3.2 **абсорбция:** Поглощение электромагнитного излучения частицами вещества.

3.3 **резонансное излучение:** Излучение, испускаемое системой связанных зарядов (например, атомом, атомным ядром), при котором частота излучения совпадает с частотой возбуждающего света.

4 Сущность метода

Метод основан на сравнении поглощения резонансного излучения свободными атомами металла, образующимися в пламени при введении в него растворов анализируемой пробы (при полном разрушении органических веществ), и градуировочных растворов с известными концентрациями магния, подвергнутых аналогичной процедуре.

5 Требования безопасности

5.1 При выполнении измерений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019. При выполнении измерений необходимо соблюдать правила безопасности работы на приборах, изложенные в инструкциях по эксплуатации. Запрещается включать в сеть приборы и работать на них без заземления.

5.3 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Соли, кислоты и органические реактивы являются токсичными веществами. Все работы с ними необходимо проводить по правилам работы в химических лабораториях, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.4 Готовые растворы анализируемых проб и органические реактивы хранить в колбах с притертыми пробками, в холодильнике при температуре 4 °С в соответствии с установленными сроками хранения.

6 Требования к квалификации персонала

6.1 К работе на атомно-абсорбционном спектрометре допускают персонал, прошедший соответствующий курс подготовки.

6.2 К работе по подготовке проб мяса и мясных продуктов допускают персонал, имеющий навыки работы в химической лаборатории и прошедший обучение работе с аналитическими автоклавами (при проведении автоклавной пробоподготовки).

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрометр с диапазоном длин волн от 185 до 950 нм, укомплектованный горелкой для воздушно-ацетиленового пламени, воздушным компрессором илампами с полым катодом (ЛПК) для магния, с допускаемой относительной погрешностью измерений не более ± 5 % в

диапазоне массовых концентраций, записывающим устройством с компьютерным управлением и автоматической программой обработки данных в соответствии с комплектацией прибора.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с решеткой, диаметр отверстий которой от 2 до 3 мм.

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

Аппарат для минерализации под давлением, с набором сосудов.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Емкость стеклянная или полимерная, с плотно закрывающейся крышкой.

Дозатор пипеточный переменного объема дозирования 0,200—1,000 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ± 1 %.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пробирки П-1-20-0,2 ХС по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-100 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Баня ультразвуковая мощностью не ниже 500 Вт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетилен, растворенный технический по ГОСТ 5457.

Государственный стандартный образец (ГСО 7190—95) состава водного раствора ионов магния с массовой концентрацией металла 1,00 $г/дм^3$ и с относительной погрешностью не более ± 1 %.

Лантан хлористый 7-водный, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Допускается использование других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте, а также реактивов и материалов не ниже указанной степени чистоты и по качеству не ниже указанных.

8 Отбор и подготовка проб

8.1 Отбор проб — по ГОСТ 9792, ГОСТ 7269, ГОСТ 7702.2.0, ГОСТ 8756.0

8.2 Объединенную пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают.

8.3 Из объединенной пробы готовят лабораторную пробу. Подготовленную лабораторную пробу помещают в стеклянную или полимерную емкость вместимостью 200 — 400 $см^3$ и закрывают крышкой.

Лабораторную пробу хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 5 сут.

9 Подготовка к измерению

9.1 Подготовка посуды

Вся используемая посуда подвергается мойке специализированными моющими средствами (содержащими минимальное количество металлов).

Стеклянную и полимерную посуду непосредственно перед использованием несколько раз ополаскивают дистиллированной водой.

Для приготовления растворов анализируемой пробы продукта, градуировочных и других растворов, используемых при проведении измерений, применяют посуду для лабораторного анализа из одной и той же партии.

9.2 Приготовление растворов

9.2.1 Исходные растворы ионов магния

Исходным раствором ионов магния является государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора ионов магния массовой концентрации 1,0 $г/дм^3$.

9.2.2 Приготовление исходного раствора хлористого лантана массовой концентрации 50,0 $г/дм^3$

13,40 г семиводного хлористого лантана растворяют в стакане в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 3 мес.

9.2.3 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации $c(HNO_3)$ = 1,0 $моль/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 400—500 $см^3$ дистиллированной воды, затем добавляют 167 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (плотностью 1,39 $г/см^3$), доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 3 мес.

9.2.4 Приготовление фонового раствора для установления нулевого значения абсорбции

В качестве фонового раствора используют раствор лантана массовой концентрации 5,0 г/дм^3, который готовят точным разведением исходного раствора (см. 9.2.2) в 10 раз дистиллированной водой.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 мес.

9.2.5 Приготовление градуировочных растворов

Для определяемого элемента готовят 3—5 градуировочных растворов точным разведением исходного раствора магния, при этом массовые концентрации градуировочных растворов должны находиться в диапазоне линейной зависимости абсорбции от концентрации элемента для используемого спектрометра.

В мерных колбах вместимостью 50 см^3 разбавлением ГСО раствором азотной кислоты молярной концентрации 1,0 моль/дм^3 готовят градуировочные растворы ионов магния массовой концентрации 0,5; 2,5 и 5,0 мг/дм^3.

Градуировочные растворы готовят в день анализа.

Диапазоны концентраций определяемого элемента, в которых градуировочные кривые имеют линейную зависимость, составляют от 0,5 до 5,0 мг/кг.

Если концентрация магния в растворе анализируемой пробы превышает верхние границы данных диапазонов, рекомендуют пробу разбавить для получения более достоверных результатов.

Для дозирования аликвот исходных растворов объемом менее 1 см^3 используют пипеточный дозатор. В градуировочные растворы ионов магния вносят исходный раствор (см. 9.2.2) хлористого лантана в таком количестве, чтобы массовая концентрация лантана в растворах составляла 5,0 г/дм^3.

9.3 Подготовка лабораторной пробы к измерению

Подготовку и минерализацию лабораторной пробы под давлением проводят по ГОСТ 31671.

Охлажденный сосуд с минерализатом помещают в вытяжной шкаф, для предотвращения контаминации сосуд прикрывают фильтровальной бумагой и выдерживают прикрытым не менее 12 ч. Далее минерализат переливают в пробирку вместимостью 20 см^3, дегазируют на ультразвуковой бане в течение 5 мин. Дегазированный минерализат разбавляют дистиллированной водой до объема 20 см^3 (в зависимости от предполагаемого количества элемента в пробе), соблюдая условие: в минерализате, разбавленном до объема 20 см^3 дистиллированной водой, должна содержаться азотная кислота в соотношении не более 1:5 от первоначального ее объема, добавленного к анализируемой пробе перед минерализацией.

Полученный раствор анализируемой пробы снова дегазируют на ультразвуковой бане с целью уменьшения влияния окислов азота на результат измерений. Цвет раствора анализируемой пробы должен быть от бесцветного до светло-желтого.

Минерализованный раствор анализируемой пробы разводят таким образом, чтобы ожидаемая концентрация магния в растворе находилась в области градуировочного графика. Перед доведением раствора анализируемой пробы до заданного объема вносят исходный раствор хлористого лантана в таком количестве, чтобы массовая концентрация лантана в измеряемом растворе анализируемой пробы составляла 5,0 г/дм^3.

Одновременно готовят холостую пробу по ГОСТ 31671, повторяя все операции, но без добавления анализируемой пробы.

10 Проведение измерений

Градуировочные растворы и растворы анализируемой пробы измеряют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра, промывая после каждого измерения систему распылителя и горелки дистиллированной водой до возвращения сигнала к показаниям, близким к нулю.

Измерения поглощения ионов магния в растворах проводят на длине волны 285,2 нм.

Для измерений используют только растворы, подготовленные по 9.2.

Компенсируют фоновый сигнал прибора по фоновому раствору, приготовленному по 9.2.4. Для градуировки прибора проводят двукратные измерения абсорбции градуировочных растворов различных концентраций.

Измеряют абсорбцию раствора анализируемой пробы. Если ее значение выходит за границы градуировки прибора, раствор анализируемой пробы разбавляют фоновым раствором и проводят повторное измерение. При измерениях большого числа серий анализируемых проб периодически проверяют стабильность абсорбции фоновым раствором. Например, через каждые 20 растворов анализируемых проб измеряют градуировочный раствор с концентрацией, находящейся в середине градуировочного диапазона. Если абсорбция градуировочного раствора после серии измерений не пре-

вышает стандартного среднеквадратического отклонения (СКО) более 3 %, то градуировочную кривую признают стабильной. При отклонении от этого значения проводят калибровку спектрометра заново.

Одновременно проводят измерения холостой пробы, включая все стадии, с использованием реактивов, применявшихся в данной серии измерений.

Спектрометрическое измерение градуировочных растворов проводят перед каждой серией измерений.

11 Обработка результатов

11.1 По градуировочному графику находят значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе анализируемой пробы, соответствующее измеренной величине абсорбции раствора анализируемой пробы.

11.2 Содержание магния в пробе X, мг/кг, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(a_1 - a_0) \cdot V \cdot K \cdot 1000}{m}, \quad (1)$$

где

a_1 — массовая концентрация магния в анализируемой пробе, установленная по градуировочной кривой, мг/дм^3;

a_0 — массовая концентрация магния в холостой пробе, установленная по градуировочной кривой, мг/дм^3;

V — объем, до которого доведен минерализат перед проведением измерений, дм^3;

K — коэффициент разбавления, учитывающий разбавление в случае высокой концентрации элемента в измеряемом растворе;

1000 — коэффициент пересчета гна кг;

m — масса лабораторной пробы, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до второго десятичного знака.

12 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Диапазон измерений, мг/кг	Показатели точности		
	Границы относительной погрешности ± δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, мг/кг	Предел воспроизводимости R, мг /кг
От 0,1 до 10,0 включ.	20	0,15 $X_{ср}$	0,30 $X_{ср}$
Св. 10,0 до 500,0 включ.	15	0,10 $X_{ср}$	0,25 $X_{ср}$

$x_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, мг/кг;
$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг.

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

Условия приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, при доверительной вероятности P = 0,95 должны удовлетворять условию:

$$|x_1 - x_2| \le r, \quad (2)$$

где

x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, мг/кг;

r — предел повторяемости, мг/кг.

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

Условия приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, при доверительной вероятности $P = 0,95$ должны удовлетворять условию:

$$|X_1 - X_2| \le R, \quad (3)$$

где

X_1 и X_2 — результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг;

R — предел воспроизводимости, мг/кг.

Границы относительной погрешности, находящиеся с доверительной вероятностью $P = 0,95$, при соблюдении условий настоящего стандарта не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов измерений (повторяемости, промежуточной прецизионностиили погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 6.2).

13.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 1.

13.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 1.

Библиография

[1] ТР ТС 027/2012 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания»

УДК 637.5.04/.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, мясо птицы, пламенная атомная абсорбция, магний, градуировочные растворы, спектрометр

Редактор *Д.А. Мезинова*

Корректор *Л.В. Коретникова*

Компьютерная верстка *Д. М. Кульчицкого*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 40 экз. Зак. 4076.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru