ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55573— 2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение кальция атомно-абсорбционным и титриметрическим методами

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом мясной промышленности имени В.М. Горбатова Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМП им. В.М. Горбатова Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 226 «Мясо и мясная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2013 г. № 846-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение кальция атомно-абсорбционным и титриметрическим методами

Meat and meat products.
Determination of calcium by atomic absorption and titrimetric methods

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, субпродукты, мясные и мясосодержащие продукты и устанавливает титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения кальция в диапазоне измерений:

- для титриметрического — от 10 до 8000 мг/кг;
- для атомно-абсорбционного метода — от 2,0 до 1200,0 мг/кг.

Требования к показателю, контролируемому по стандартизуемым методам, приведены в [1].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие 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 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

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

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

Издание официальное

ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

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

ГОСТ 31727—2012 (ISO 936:1998) Мясо и мясные продукты. Метод определения массовой доли общей золы

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51447—99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор и подготовка проб

3.1 Отбор проб — по ГОСТ Р 51447, ГОСТ 9792.

3.2 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку с диаметром отверстий решетки 2—3 мм, и тщательно перемешивают.

3.3 Подготовленную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200—400 $см^3$ и закрывают крышкой.

Пробу хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 24 ч после измельчения.

4 Титриметрический метод (I)

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в щелочной среде малодиссоциированного комплексного соединения кальция с динатриевой солью этилендиамин-N′, N′,N′, N′-тетрауксусной кислоты (трилон Б) и определении эквивалентной точки при титровании с использованием металл-индикаторов.

4.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Печь муфельная с электрическим обогревом, способная поддерживать температуру (550 ± 25) °С, с программируемым устройством управления температурой в зависимости от времени или без него.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147 или из кварцевого стекла по ГОСТ 19908.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

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

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ±0,06 мг.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 со степенью чистоты 2.

Колбы 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-100 по ГОСТ 25336.

Бюретки 1(2)-1(2)-5 по ГОСТ 29252.

Воронки стеклянные диаметром 36—56 мм по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные из стекла по ГОСТ 21400.

Стакан фарфоровый вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 9147.

Пипетки 1-1-1-2,1-1-1-5,1-1-1-10,1-1-1-25 по ГОСТ 29227.

Колба Кн-2-250-45/40 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-1-2-5-0,02 по ГОСТ 29251.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Калькон (эриохром сине-черный).

Трилон Б (этилендиамин-N′,N′,N′,N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль 2-водная) по ГОСТ 10652, х. ч.

Стандарт-титр трилона Б, молярная масса в ампуле 0,1 г/моль.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч.

Кальцеин (флуорексон), индикатор.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный, 5,5-водный по ГОСТ 22280, ч. д. а.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а.

Триэтаноламин гидрохлорид, с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не хуже указанных в настоящем стандарте.

4.3 Подготовка к проведению испытаний

4.3.1 Приготовление растворов

4.3.1.1 Приготовление индикатора кальцеина

0,1 г индикатора кальцеина (флуорексона) растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 150 $см^3$ по ГОСТ 25336. Раствор хранят в банке из темного стекла при температуре не более 20 °С — не более 7 сут.

4.3.1.2 Приготовление индикатора калькон

0,2 г индикатора калькон (синонимы: кислотный хром синий, эриохром черный) растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта по ГОСТ 5962 в стакане вместимостью 150 $см^3$. Раствор хранят в банке из темного стекла не более 30 дней при температуре не более 20 °С.

При длительном хранении растворов индикаторов перед их применением следует убедиться в том, что внешний вид их не изменился.

4.3.1.3 Приготовление 25 %-ного раствора триэтаноламина гидрохлорида

22,3 $см^3$ триэтаноламина гидрохлорида растворяют в колбе вместимостью 100 $см^3$ в 20 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем до метки.

Затем 100 $см^3$ полученного раствора триэтаноламина разбавляют 400 $см^3$ дистиллированной воды для получения соотношения (1:4).

4.3.1.4 Приготовление раствора углекислого кальция молярной концентрации c ($CaCO_3$) = = 0,01 моль/дм^3

1,001 г углекислого кальция растворяют в 20 см^3 разбавленной (1:1) соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

4.3.1.5 Приготовление 20 %-ного раствора гидроокиси калия

200 г гидроокиси калия растворяют в 800 см^3 дистиллированной воды. Вначале растворение проводят небольшими порциями при перемешивании в 300 см^3 дистиллированной воды в фарфоровом стакане по ГОСТ 9147. После растворения гидроокиси калия к остывшему раствору приливают оставшееся количество воды и перемешивают.

4.3.1.6 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,01 моль/дм^3

0,1 моль/дм^3 раствора трилона Б готовят из стандарт-титра (фиксанала). Теплой водой смывают надпись на ампуле и тщательно ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вставляют воронку с вложенным в нее стеклянным бойком, острый конец которого должен быть обращен вверх. Тонкое дно ампулы разбивают ударом об острый конец бойка, пробивают верхнее углубление ампулы бойком и все содержимое осторожным встряхиванием высыпают в колбу. Ампулу промывают дистиллированной водой. Смывные воды собирают в мерную колбу. Промыв ампулу, ее удаляют, раствор доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Для получения раствора трилона Б молярной концентрации c ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = = 0,01 моль/дм^3 раствор разбавляют в 10 раз.

3,722 г трилона Б массой растворяют в 100—200 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Если раствор мутный, его фильтруют. Раствор хранят в темном месте в течение 6 мес при температуре не более 20 °С.

После приготовления раствора трилона Б проводят проверку его молярной концентрации.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336 к 5 см^3 раствора углекислого кальция добавляют 50 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора гидроокиси калия, 5—10 капель одного из индикаторов и перемешивают содержимое колбы вращательными движениями. Титруют раствором трилона Б до изменения окраски по 4.3.3. Проводят два параллельных определения. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое двух определений.

Концентрацию трилона Б C, моль/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{C_1 \cdot V_1}{V}, \quad (1)$$

где C_1 — концентрация раствора углекислого кальция, 0,01 моль/дм^3;

V_1 — объем раствора углекислого кальция, взятый для титрования, см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

4.3.2 Подготовка пробы к испытанию

Анализируемую пробу массой 5—10 г взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, помещают в предварительно прокаленный и охлажденный тигель по ГОСТ 19908.

Минерализацию проводят сухим способом по ГОСТ 31727.

Тигель охлаждают, золу смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, добавляют 2 см^3 соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в два раза, 5—10 см^3 дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

Тигель тщательно промывают дистиллированной водой, воду сливают в колбу, доводят объем раствора в колбе водой до метки и тщательно перемешивают. При наличии в колбе осадка раствор фильтруют через бумажный фильтр.

Одновременно проводят контрольный опыт, повторяя все вышеперечисленные процедуры.

4.3.3 Проведение испытания

В зависимости от предполагаемого содержания кальция испытуемый раствор пробы, подготовленный по 4.3.2, в количестве от 5 до 20 см^3 переносят пипеткой в широкогорлые колбы вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336, добавляют от 95 до 80 см^3 дистиллированной воды, 30 мг лимоннокислого натрия, 30 мг гидроксиламина, 10 см^3 20 %-ного раствора гидроокиси калия, 5—10 капель одного из индикаторов, перемешивают и титруют (не позднее чем через 10 мин после добавления реактивов) раствором трилона Б концентрации c = 0,01 моль/дм^3 в присутствии раствора сравнения (контрольного

раствора) до изменения окраски от красно-фиолетовой до синей — при использовании индикатора калькон, от ярко-зеленой до розовой — в присутствии индикатора кальцеин.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 наливают 100 см^3 дистиллированной воды, добавляют вышеперечисленные реактивы в аналогичной последовательности и несколько капель трилона Б. Полученный раствор используют в качестве раствора сравнения (контрольного раствора).

Допускается заменять 30 мг лимоннокислого натрия и 30 мг гидроксиламина раствором триэтаноламина в количестве 3 см^3.

Аналогично проводят испытание контрольного раствора.

4.3.4 Обработка результатов

Массовую долю кальция в исследуемой пробе X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V_1(V_3 - V_2) \cdot 0{,}04008 \cdot 10^3}{V_4 \cdot m}, \quad (2)$$

где C — концентрация раствора трилона Б, моль/дм^3;

V_1 — объем исходного раствора, см^3;

V_3 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование исследуемого раствора, см^3;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

V_4 — объем исследуемого раствора, взятый для титрования, см^3;

m — масса образца, г;

0,04008 — масса кальция, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б 1 моль/дм^3, г;

10^3 — коэффициент пересчета единиц измерения г в мг.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значений результатов двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости.

Результат анализа при доверительной вероятности P = 0,95 представляют в виде

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

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, мг/кг;

r — значение предела повторяемости, мг/кг, приведенное в таблице 1.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

5 Атомно-абсорбционный метод (II)

5.1 Сущность метода

Метод основан на сравнении поглощения резонансного излучения свободными атомами металла, образующимися в пламени при введении в него растворов анализируемых продуктов и градуировочных растворов, с известными концентрациями определяемого металла, величина адсорбции света с длиной волны, соответствующей резонансной линии свободных атомов металла, пропорциональна значению концентрации металла в испытуемой пробе.

Данный метод следует использовать в качестве арбитражного.

5.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрометр с диапазоном длин волн в пределах от 185 до 950 нм, укомплектованный горелкой для воздушно-ацетиленового пламени, воздушным компрессором и лампами с полым катодом для кальция, с допускаемой относительной погрешностью измерений не более 5 % в диапазоне массовых концентраций, укомплектованный записывающим устройством с компьютерным управлением и автоматической программой обработки данных в соответствии с комплектацией прибора.

Ацетилен, растворенный технический по ГОСТ 5457.

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

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ±0,06 мг.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 со степенью чистоты 2.

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

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

Стаканы В-1-100 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336 с эффективным осушающим агентом.

Баня ультразвуковая мощностью не ниже 500 Вт.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водного раствора ионов кальция с относительной погрешностью не более 1 % (P = 0,95).

Буферный раствор смеси хлорида цезия молярной концентрации c (CsCl) = 10 г/дм^3 и хлорида лантана c ($LaCl_3$) = 100 г/дм^3 [2].

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор молярной концентрации c (HNO_3) = 1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не хуже указанных в настоящем стандарте.

5.3 Подготовка к испытанию

5.3.1 Подготовка посуды и реактивов

Стеклянную посуду непосредственно перед использованием несколько раз ополаскивают дистиллированной водой или водой для лабораторного анализа.

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

5.3.2 Приготовление исходных растворов

Исходными растворами ионов кальция являются государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов кальция массовой концентрации 1,0 г/дм^3.

В качестве фонового раствора для установления нулевого значения абсорбции используют буферный раствор [2], разведенный (1:10).

Для приготовления раствора азотной кислоты молярной концентрации 1,0 моль/дм^3, в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770 вносят 400—500 см^3 дистиллированной воды, затем добавляют (167 ± 1) см^3 концентрированной азотной кислоты, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Исходные растворы хранят при комнатной температуре не более 3 мес при температуре не более 20 °С.

5.3.3 Приготовление градуировочных растворов

Для определяемого элемента готовят три-пять градуировочных растворов точным разведением исходных растворов, при этом массовые концентрации градуировочных растворов должны находиться в диапазоне линейной зависимости абсорбции от концентрации элемента для данного спектрометра.

В мерных колбах вместимостью 50 см^3 готовят градуировочные растворы, путем разбавления ГСО раствором азотной кислоты молярной концентрации 1,0 моль/дм^3 и фоновым раствором, приготовленным по 5.3.2 в соотношении 1:1. Готовят градуировочные растворы ионов кальция массовой концентрации: 2,0; 5,0; 10,0 мг/дм^3.

Градуировочные растворы готовят в день проведения анализа.

Поддиапазоны концентраций определяемых элементов, в которых градуировочные кривые имеют линейную зависимость, составляют от 2 до 25 мг/дм^3.

Если концентрация определяемого элемента превышает данные диапазоны, пробу рекомендуется разбавить для получения более достоверных результатов.

5.3.4 Подготовка раствора пробы

Минерализацию пробы под давлением проводят по ГОСТ 31671.

Охлажденный сосуд с минерализатом помещают в вытяжной шкаф и выдерживают открытым не менее 3 ч. Затем для предотвращения контаминации сосуд прикрывают бумагой. Далее минерализат дегазируют на ультразвуковой бане в течение 5 мин. Дегазированный минерализат разбавляют буферным раствором [2] до нужного объема (в зависимости от предполагаемого количества элемента в пробе), соблюдая условие: в минерализате, разбавленном до объема 20 см^3, должно содержаться не более 4 см^3 азотной кислоты, с учетом ее объема, добавленного к пробе перед минерализацией.

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

Минерализованный раствор пробы продукта разводят таким образом, чтобы ожидаемая концентрация элемента в растворе находилась в области градуировочного графика.

Одновременно готовят холостую пробу по ГОСТ 31671.

5.4 Проведение испытаний

Градуировочные растворы и растворы пробы анализируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

Для проведения измерений используют только растворы, подготовленные по 5.3.2.

Компенсируют фоновый сигнал прибора по фоновым растворам, приготовленным по 5.3.2. Для градуировки прибора проводят двукратные измерения абсорбции градуировочных растворов различных концентраций, при соответствующей настройке автоматической программы обработки данных.

Измеряют абсорбцию раствора пробы. Если ее значение выходит за границы градуировки прибора, раствор пробы разбавляют фоновым раствором и проводят повторное измерение. При измерениях большого числа серий образцов периодически проверяют стабильность фоновой абсорбции. Например, измеряют через каждые 20 определений средний стандарт градуировочной кривой.

Помимо этого, проводят холостой опыт, включающий все стадии, с использованием реактивов, применявшихся в данной серии испытаний.

Спектрометрический анализ градуировочных растворов проводят перед каждой серией испытаний.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 По градуировочному графику находят значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе пробы, соответствующее измеренному значению абсорбции раствора пробы.

5.5.2 Массовую долю кальция в пробе $X(x)$, мг/кг, рассчитывают по формуле

$$X(x) = \frac{(a_1 - a_0) \cdot V \cdot K \cdot 1000}{m}, \quad (4)$$

где a_1 — массовая концентрация кальция в растворе пробы, определенная по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

a_0 — массовая концентрация кальция в растворе холостой пробы, определенная по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

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

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

m — масса пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета г на кг.

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

6 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики методов при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование определяемого показателя/метод определения		Показатели точности			
		Диапазон измерений массовой доли, мг/кг	Границы относительной погрешности ± δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, мг/кг	Предел воспроизводимости R, мг /кг
Массовая доля кальция	I	От 2,0 до 100,0 включ.	20	$0{,}10x_{ср}$*	$0{,}25X_{ср}$**
		Св. 100,0 до 1200,0 включ.	15	$0{,}10x_{ср}$*	$0{,}25X_{ср}$**
	II	От 10,0 до 100,0 включ.	25	$0{,}15x_{ср}$*	$0{,}30X_{ср}$**
		Св. 100,0 до 1200,0 включ.	17	$0{,}10x_{ср}$*	$0{,}30X_{ср}$**
*$x_{ср}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, мг/кг; **$X_{ср}$ — среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг.					

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.

Результат анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в виде

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

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

r — предел повторяемости, мг/кг.

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

Результат анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в виде

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

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, 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.

7 Контроль точности результатов измерений

Точность метода была установлена при межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2.

8 Требования безопасности

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

8.2 Помещение, в котором проводят 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.

8.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ Р 12.1.019

Библиография

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

[2] MFCD 00152971 Cesium chloride Lanthanum chloride Buffer Solution

УДК 637.5.04/07:006.354 ОКС 67.120.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, кальций, титриметрический метод, атомная абсорбция, градуировочные растворы

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.10.2014. Подписано в печать 06.11.2014. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 84 экз. Зак. 4432.

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

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

gost.e-ecolog.ru