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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32008— 2012 (ISO 937:1978)

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания азота (арбитражный метод)

(ISO 937:1978, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом мясной промышленности имени В.М. Горбатова Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМП им В.М. Горбатова Россельхозакадемии) на основе официальной версии международного стандарта на русском языке

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 226)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (от 03 декабря 2012 г. протокол № 54-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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 937:1978 «Meat and meat products – Determination of nitrogen content (Reference method)» (Мясо и мясные продукты. Определение содержания азота (арбитражный метод)) путем внесения дополнительных положений, что обусловлено необходимостью учета особенностей межгосударственной стандартизации.

Дополнительные положения, приведенные в отдельных структурных элементах, заключены в рамки из тонких линий.

Дополнительные фразы, слова, показатели и их значения, внесенные в текст стандарта, выделены курсивом.

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 6 «Мясо, мясо птицы, рыба, яйца и сопутствующие продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты».

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации.

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой указанного международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДБ.

Степень соответствия – модифицированная (MOD)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 307-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32008–2012 (ISO 937:1978) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 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

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

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания азота (арбитражный метод)

Meat and meat products.
Determination of nitrogen content (Reference method)

Дата введения – 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, мясные и *мясосодержащие* продукты и устанавливает арбитражный метод определения массовой доли азота.

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 12.1.019–79 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 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4145–74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165–78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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 5962–67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9656–75 Реактивы. Кислота борная. 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 20469–95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 25794.1–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 азота в мясе и мясных продуктах**: *Содержание азота, определенное по количеству образовавшегося аммиака, в условиях, изложенных в настоящем стандарте.*

4 Сущность метода

Метод основан на сжигании анализируемой пробы с концентрированной серной кислотой при использовании катализатора – сульфата меди (II) с целью превращения органического азота в ионы аммония, подщелачивании, дистилляции высвободившегося аммиака в избыточный раствор борной кислоты, титровании соляной кислотой для определения количества аммиака, связанного борной кислотой, и расчете массовой доли азота в пробе продукта, исходя из количества образовавшегося аммиака.

5 Реактивы

Все используемые реактивы должны быть аналитического качества (не ниже х. ч.). Используемая вода должна быть дистиллированной или эквивалентной чистоты.

5.1 Сульфат меди (II), пентагидрат ($CuSO_4 \times 5H_2O$) (медь (II) сернокислая 5-водная) *по ГОСТ 4165*.

5.2 Сульфат калия (K_2SO_4) (калий сернокислый *по ГОСТ 4145*), безводный.

5.3 Кислота серная *по ГОСТ 4204*, ρ_{20} 1,84 г/дм^3.

5.4 Натрия гидроокись *по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 33 г гидроксида натрия, 33 г гидроксида натрия (NaOH) на 100 г раствора, не содержащий карбонад.*

Растворяют 500 г гидроксида натрия в 1000 см^3 воды.

5.5 Кислота борная *по ГОСТ 9656*, раствор *массовой концентрацией* 40 г/дм^3.

Растворяют 40 г борной кислоты (H_3BO_3) в воде и доводят объем до 1000 см^3.

5.6 Кислота соляная *по ГОСТ 3118, стандартный титрованный раствор концентрацией 0,1 моль/дм^3.*

5.7 Индикаторный раствор (индикатор Таширо).

Смесь индикаторов (метиловый красный; метиленовый голубой), приготовленная растворением 2 г метилового красного и 1 г метиленового голубого в 1000 см^3 95 %-ного (V/V) этанола.

Изменение окраски индикаторного раствора происходит при pH 5,4.

Хранят индикаторный раствор в коричневой склянке в темном прохладном месте.

5.8 Регуляторы кипения.

5.8.1 Для минерализации.

Стеклянные шарики, карбид кремния и осколки твердого фарфора.

5.8.2 Для дистилляции.

Карбид кремния или свежепрокаленные кусочки пемзы.

5.9 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709* или вода для лабораторного анализа.

5.10 Спирт этиловый ректификованный *по ГОСТ 5962*.

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в 6.1 – 6.10.

6.1 Мясорубка механическая по *ГОСТ 4025* или электрическая по *ГОСТ 20469*, с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4 мм.

6.2 Бумага жиронепроницаемая, кусочки размером 9 см × 6 см.

6.3 *Бюретка по ГОСТ 29251, вместимостью 50 см^3, с ценой деления 0,1 см^3.*

6.4 Колба Кьельдаля по *ГОСТ 25336*, вместимостью не более 800 см^3, оснащенная, если это необходимо, грушевидным стеклянным конусом, свободно помещенным на горлышке колбы.

6.5 Прибор для паровой дистилляции или обычный аппарат для дистилляции.

6.6 Приспособление для нагрева, на котором можно нагревать колбу Кьельдаля в наклонном положении таким образом, чтобы пламя касалось только той части стенки колбы, которая находится ниже уровня жидкости.

При нагревании газом подходящим приспособлением является асбестовая пластина с круглым отверстием, так что свободное пламя воздействует только на самую нижнюю часть колбы.

6.7 Приспособление для отсасывания кислых паров, которые выделяются при минерализации (вытяжной рукав).

6.8 Весы аналитические с допускаемой погрешностью взвешивания не более ± 0,001 г по *ГОСТ 24104.*

6.9 Колбы конические по *ГОСТ 25336*, вместимостью 250, 500 и 1000 $см^3$.

6.10 Цилиндры мерные по *ГОСТ 1770*, вместимостью 50 и 100 $см^3$.

6.11 *Термометр ТТП 4 1 106 66.*

7 Отбор проб

Отбор проб – по ГОСТ 9792.

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

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

8 Порядок проведения испытаний

Определение необходимо проводить в лаборатории, свободной от паров аммиака.

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

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

8.1 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку (6.1), и перемешивают. Пробу хранят в герметично закупоренной и до конца заполненной стеклянной банке таким образом, чтобы избежать порчи и изменения состава. Пробу анализируют по возможности сразу после гомогенизации, но не позднее чем через 24 ч.

8.2 В колбу Кьельдаля помещают несколько регуляторов кипения (5.8), затем добавляют примерно 15 г безводного сульфата калия (5.2) и 0,5 г сульфата меди (II) (5.1).

С точностью до 0,001 г отвешивают примерно 2 г (или 1,5 г в том случае, если проба содержит большое количество жира) пробы (8.1) на кусочек жиронепроницаемой бумаги (6.2).

Жиронепроницаемую бумагу с навеской помещают в колбу Кьельдаля.

8.3 В колбу Кьельдаля добавляют 25 $см^3$ серной кислоты (5.3). Перемешивают, слегка вращая колбу с жидкостью. Если необходимо, можно вставить грушевидный стеклянный конус в горловину колбы тонким концом вниз.

Колбу помещают в наклонном положении (под углом около 40 ° от вертикального положения) на нагревательное устройство (6.6). Сначала колбу слегка нагревают до окончания пенообразования и до полной минерализации содержимого. Затем продолжают минерализацию при энергичном кипении, время от времени поворачивая колбу, до тех пор, пока жидкость не станет абсолютно прозрачной и не приобретет светлую зелено-голубую окраску. Продолжают кипятить жидкость еще в течение 90 мин.

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

Охлаждают до 40 °С и осторожно добавляют примерно 50 $см^3$ воды. Перемешивают и продолжают охлаждение.

В коническую колбу вместимостью примерно 500 $см^3$ с помощью мерного цилиндра наливают 50 $см^3$ раствора борной кислоты (5.5), добавляют четыре капли индикаторного раствора (5.7), перемешивают и подсоединяют колбу к холодильнику дистилляционного аппарата (6.5) таким образом, чтобы выходное отверстие наконечника погрузилось в жидкость.

Содержимое колбы Кьельдаля обрабатывают одним из следующих способов:

а) при паровой дистилляции:

помещают содержимое колбы Кьельдаля в аппарат для дистилляции и промывают колбу примерно 50 см^3 воды. Добавляют с помощью мерного цилиндра 100 см^3 раствора гидроксида натрия (5.4), осторожно наливая вдоль наклонного горлышка колбы таким образом, чтобы два слоя содержимого колбы не перемешивались. Сразу же после этого присоединяют колбу к перегонной насадке дистилляционного аппарата. Нагревают щелочную жидкость, пропуская через нее пар до начала кипения и кипятят в течение 20 мин. Сначала слегка нагревают до небольшого образования пены. Собранное количество дистиллята должно быть не менее 150 см^3;

б) при обычной дистилляции:

осторожно разбавляют содержимое колбы Кьельдаля примерно 30 см^3 воды и перемешивают, вращая колбу с жидкостью. Если необходимо, переливают все в колбу вместимостью 1000 см^3. Примерно через 15 мин добавляют с помощью мерного цилиндра 100 см^3 раствора гидроксида натрия (5.4), осторожно наливая вдоль наклонного горлышка колбы таким образом, чтобы два слоя содержимого колбы не перемешивались. Сразу же после этого присоединяют колбу к перегонной насадке дистилляционного аппарата.

Перегоняют примерно 150 см^3 жидкости, даже если смесь иногда вскипает. Продолжают дистилляцию до тех пор, пока смесь не начнет иногда вскипать, или до тех пор, пока не будет собрано 250 см^3 дистиллята. Необходимо проверить, достаточно ли охлажден дистиллят, и не допускать нагревания раствора борной кислоты.

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

Отитровывают содержимое конической приемной колбы раствором соляной кислоты (5.6). Объем соляной кислоты, используемый на титрование, определяют с точностью до 0,02 см^3.

Проводят два параллельных определения одной и той же пробы.

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

8.4 Всегда проводят контрольный опыт (дважды), когда используются свежие партии реактивов или свежеприготовленные растворы. Рекомендуется проводить *контрольный* опыт обычно для реактивов и растворов, которые уже были использованы в течение какого-то времени. Проводят слепой опыт в соответствии с 8.3, используя только кусочек жиронепроницаемой бумаги (6.2).

9 Обработка результатов

Массовую долю азота X, в процентах от массы продукта, вычисляют по формуле

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

где V_0 – объем 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование при проведении контрольного опыта, см^3;

V_1 – объем 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см^3;

m – масса анализируемой пробы, г;

0,0014 – количество азота, эквивалентное 1 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора кислоты;

K – поправочный коэффициент к концентрации 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты (определяют в соответствии с ГОСТ 25794.1).

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, если удовлетворяются условия повторяемости (сходимости).

10 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %	Границы относительной погрешности $\pm \delta$, %
Массовая доля азота, %	Менее 5,0	0,1 $x_{ср}$	0,2 $X_{ср}$	10
	От 5,0 и более	0,08 $x_{ср}$	0,16 $X_{ср}$	5
Примечания 1 $x_{ср}$ – среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, %; 2 $X_{ср}$ – среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %.				

11 Точность метода

11.1 Расхождение между результатами двух определений, выполненных почти одновременно или с небольшим промежутком времени одним и тем же оператором, в одной и той же лаборатории, с использованием одного и того же оборудования в условиях повторяемости не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, значения которого приведены в таблице 1.

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

где x_1 и x_2 – результаты двух параллельных определений, %;

r – предел повторяемости, %.

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

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

где X_1 и X_2 – результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, %;

R – предел воспроизводимости, %.

11.3 Границы относительной погрешности δ, при доверительной вероятности P = 0,95, при соблюдении условий настоящего стандарта не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

12 Межлабораторные испытания

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

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

13 Оформление результатов испытаний

В протоколе испытаний должен быть указан используемый метод и полученный результат по азоту. Если необходим результат по белку, нужно указать коэффициент. Должны быть указаны условия проведения испытаний, которые не указаны в настоящем стандарте или считающиеся необязательными (в частности, если определение проводят в кратном количестве содержимого колбы Кьельдаля, см. раздел 8), а также любые обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

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

14 Требования безопасности

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

14.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть снабжено 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.

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

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица А.1

Структура международного стандарта ISO 937:1978	Структура межгосударственного стандарта
1 Назначение и область применения	1 Область применения
2 Ссылки	2 Нормативные ссылки
3 Определение	3 Термины и определения
4 Сущность метода	4 Сущность метода
5 Реактивы	5 Реактивы
6 Аппаратура	6 Аппаратура
7 Отбор проб	7 Отбор проб
8 Методика	8 Порядок проведения испытания
9 Выражение результатов	9 Обработка результатов
10 Примечание по методике	–
–	10 *Метрологические характеристики*
–	11 *Точность метода*
–	12 *Межлабораторные испытания*
11 Отчет об эксперименте	13 Оформление результатов испытания
–	14 *Требования безопасности*
* Раздел исключен, так как его положения размещены в разделе 8.	

Приложение ДБ
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Т а б л и ц а ДБ.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения	IDT	ГОСТ ИСО 5725-2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
ISO 5725-6:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике	IDT	ГОСТ ИСО 5725-6–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
П р и м е ч а н и е – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: *- IDT – идентичные стандарты.*		

УДК 637.5.07:006.354 МКС 67.120.10 MOD

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, определение содержания азота, арбитражный метод

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1776.

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