ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55479— 2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения амино-аммиачного азота

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт 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 28 июня 2013 г. № 359-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2018 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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

Метод определения амино-аммиачного азота

Meat and meat products. Method for determination of amino-ammonia nitrogen

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, субпродукты, мясные и мясосодержащие продукты и устанавливает метод определения амино-аммиачного азота в диапазоне значений от 25,0 до 300,0 мг на 100 г продукта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования номенклатуры 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

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 1625—89* Формалин технический. Технические условия

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 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72** Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9245—79 Потенциометры постоянного тока измерительные. Общие 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

* С 1 июля 2017 г. действует ГОСТ 1625—2016.

** В Российской Федерации с 1 июля 2019 г. будет действовать ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

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

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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 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 Сущность метода

Метод основан на связывании аминогрупп и аммиака формальдегидом в нейтральной среде с последующим титрованием щелочью карбоксильных групп, количество которых эквивалентно количеству свободных аминогрупп.

4 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Потенциометр постоянного тока измерительный по ГОСТ 9245.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром 2—3 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,1 мг.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Мешалка магнитная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Стаканы Н–2–100 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1–1–2–25–0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1–2–10 по ГОСТ 29169.

Колбы мерные 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Воронки В–36–80 ХС, В–56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–25 по ГОСТ 1770.

Формалин технический по ГОСТ 1625.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501.

Стандарт-титр гидроокиси натрия.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

5 Отбор и подготовка проб

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

5.2 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку по ГОСТ 4025 или ГОСТ 20469 с диаметром отверстий решетки 2—3 мм, и тщательно перемешивают.

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

Срок хранения пробы в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С — не более 24 ч после измельчения.

6 Подготовка к анализу

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2.2).

6.1.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия из стандарт-титра (фиксанала)

Теплой водой смывают надпись на ампуле и тщательно ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ 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. Промыв ампулу, смывные воды добавляют в колбу, ампулу удаляют, раствор доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

6.1.3 Коэффициент поправки к номинальной концентрации раствора гидроокиси натрия определяют в соответствии с ГОСТ 25794.1.

6.1.4 Нейтрализация формалина

В стакан вместимостью 100 $см^3$ наливают формалин по ГОСТ 1625, помещают магнит, электроды потенциометра, включают магнитную мешалку и титруют раствором гидроокиси натрия до значения pH 7,0.

6.2 Подготовка пробы к анализу

20 г пробы, подготовленной по 4.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки, энергично перемешивают, настаивают 30 мин и фильтруют через бумажный фильтр.

7 Проведение анализа

7.1 В стакан вместимостью 100 $см^3$ наливают 10 $см^3$ фильтрата, полученного по 6.2, добавляют 40 $см^3$ дистиллированной воды, помещают магнит, электроды потенциометра, включают магнитную мешалку и титруют раствором гидроокиси натрия до значения pH 7,0. Затем добавляют 10 $см^3$ формалина (pH 7,0) и продолжают титрование до значения pH 9,0.

7.2 Контрольное определение

Контрольное определение проводят параллельно с основным определением. В стакан вместимостью 100 $см^3$ наливают 50 $см^3$ дистиллированной воды, 10 $см^3$ формалина по 6.2, помещают магнит, электроды потенциометра, включают магнитную мешалку и титруют раствором гидроокиси натрия до значения pH 9,0.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю амино-аммиачного азота *X*, мг/100 г продукта, вычисляют по формуле

$$X = \frac{100K \cdot (V_1 - V_2) \cdot 1{,}4 \cdot 100}{20 \cdot 10}, \quad (1)$$

где 100 — количество раствора, приготовленного из анализируемой пробы, $см^3$;

K — коэффициент поправки к номинальной концентрации раствора гидроокиси натрия;

V_1 — количество раствора гидроокиси натрия, израсходованное на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_2 — количество раствора гидроокиси натрия, израсходованное на титрование контрольного раствора, см^3;

1,4 — количество аминного азота, эквивалентное 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, мг;

100 — коэффициент пересчета на 100 г;

20 — масса анализируемой пробы, г;

10 — количество фильтрата, взятое для титрования, см^3.

8.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

9 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Наименование показателя	Показатель точности			
	Диапазон измеряемой величины	Границы относительной погрешности ±δ*, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %
Содержание амино-аммиачного азота, мг/100 г продукта	25—100 100 и более	10 5	7 5	15 10
* Границы относительной погрешности соответствуют стандартной неопределенности.				

9.2 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

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot 0,01\overline{X}, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, мг/100 г;

r — предел повторяемости, %;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг/100 г.

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

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

$$|X_1 - X_2| \le R \cdot 0,01\overline{X}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг/100 г;

R — предел воспроизводимости, %;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, выполненных в условиях воспроизводимости, мг/100 г.

9.4 Границы интервалов, в которых относительная погрешность находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$, при соблюдении условий настоящего стандарта не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

10 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.

11 Требования безопасности

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

11.2 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.

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

УДК 637.5.04/.07:006.354 ОКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, мясосодержащие продукты, жир-сырец, продукты из шпика, амино-аммиачный азот, анализ, определение

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 24.09.2018. Подписано в печать 27.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru