ГОСТ Р 51482—99
(ИСО 13730—96)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом мясной промышленности

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

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 638-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 13730:1996 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания общего фосфора. Спектрометрический метод» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны (за исключением разделов 2, 7)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ИЗДАНИЕ (январь 2010 г.) с Поправкой (ИУС 5—2009)

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора

Meat and meat products.
Spectrophotometric method for determination of total phosphorus content

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясные и мясосодержащие продукты (колбасные изделия, продукты из мяса, полуфабрикаты, кулинарные изделия, консервы) и устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора.

Характеристики точности измерений, приведенные в настоящем стандарте, относятся только к колбасным изделиям.

Методика, изложенная в настоящем стандарте, может быть использована для определения общего фосфора в мясе для научных исследований.

(Поправка)

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51447—99 (ИСО 3100-1—91) Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ИСО 936—98 Мясо и мясные продукты. Определение золы

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

массовая доля общего фосфора в мясе и мясных продуктах: Массовая доля фосфора, определенная в соответствии с методикой, изложенной в настоящем стандарте, и выраженная как массовая доля пентоксида (пятиокиси) фосфора в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на минерализации навески, реакции взаимодействия фосфора с монованадатом аммония и гептамолибдатом аммония с образованием соединения желтого цвета и фотометрическом измерении оптической плотности при длине волны 430 нм.

5 Реактивы

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

5.1 Кислота азотная, разбавленная 1:2 (по объему)

Смешать один объем азотной кислоты (65 %; ρ_{20} = 1,40 г/см^3) с двумя объемами воды.

5.2 Монованадат аммония (NH_4VO_3) (аммоний ванадиевокислый мета), раствор 2,5 г/дм^3

Растворяют 2,5 г монованадата аммония в 500 см^3 кипящей воды. Полученный раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Добавляют 20 см^3 азотной кислоты, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Издание официальное

5.3 Гептамолибдат аммония [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\times4H_2O$] (аммоний молибденовокислый, 4-водный), раствор 50 г/дм^3

Растворяют 50 г тетрагидрата гептамолибдата аммония примерно в 800 см^3 теплой воды (температура приблизительно 50 °С). Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

5.4 Окрашивающий реактив

Смешивают один объем разбавленной азотной кислоты с одним объемом раствора монованадата аммония. Затем добавляют один объем раствора гептамолибдата аммония и перемешивают. При этом цвет окрашивающего реактива должен измениться от светло-желтого до бесцветного.

5.5 Фосфат, основной раствор массовых концентраций, c (P) = 218 мг/дм^3; c (P_2O_5) = 500 мг/дм^3

Растворяют в воде 958,8 мг дигидроортофосфата калия (KH_2PO_4), предварительно высушенного в течение 3 ч при температуре (103 ± 2) °С и охлажденного в эксикаторе.

Количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Доводят водой до метки и перемешивают.

5.6 Фосфат, стандартные (градуировочные) растворы, содержащие от 0,05 до 0,30 мг/см^3 P_2O_5.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой или бюреткой 10, 20, 30, 40, 50 и 60 см^3 основного раствора фосфата. Добавляют в каждую колбу по 10 см^3 азотной кислоты. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

Полученные градуировочные растворы содержат 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг/см^3 P_2O_5 соответственно.

5.7 Контрольный раствор

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 2 см^3 азотной кислоты и 30 см^3 окрашивающего реактива. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

6 Аппаратура и средства измерения

Применяют обычное лабораторное оборудование, а также:

гомогенизатор или мясорубку механическую или электрическую с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,0 мм;

баню водяную, обеспечивающую поддержание температуры на уровне 100 °С;

фильтр бумажный складчатый диаметром 15 см, не содержащий фосфатов;

спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (430 ± 2) нм, или фотоэлектрический колориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (430 ± 2) нм;

стеклянные кюветы толщиной слоя 10 мм;

весы аналитические с допускаемой погрешностью взвешивания ± 0,001 г;

колбы мерные с одной меткой вместимостью 100 и 1000 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ± 0,2 %;

пипетки мерные вместимостью 10, 20 см^3 и допускаемой относительной погрешностью ± 0,2 %;

бюретки вместимостью 50 см^3 и допускаемой относительной погрешностью 0,2 %;

муфельную печь.

Примечание — Всю стеклянную посуду тщательно моют моющим средством, не содержащим фосфатов, затем ополаскивают дистиллированной водой.

7 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ Р 51447.

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

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

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

8 Подготовка пробы

8.1 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более 25 °С.

8.2 Измельченную пробу хранят не более 24 ч в воздухонепроницаемом, герметически закрытом сосуде, не допуская порчи и изменения состава продукта.

9 Методика проведения испытаний

9.1 Около 5 г подготовленной пробы взвешивают с точностью до третьего десятичного знака.

9.2 Минерализацию навески проводят в муфельной печи в соответствии с ИСО 936.

9.3 Полученную золу растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, помешивая стеклянной палочкой.

9.4 Тигель накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 30 мин на кипящей водяной бане, охлаждают и количественно переносят жидкость в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят объем до метки водой, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые 5—10 $см^3$ фильтрата.

9.5 В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят пипеткой 20 $см^3$ прозрачного и бесцветного фильтрата и добавляют пипеткой или из бюретки 30 $см^3$ окрашивающего реактива. Содержимое колбы доводят до метки водой, перемешивают и выдерживают не менее 15 мин.

9.6 Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (430 ± 2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрометр или фотоэлектрический колориметр со светофильтром.

9.7 По градуировочному графику, построенному в соответствии с 9.3, находят концентрацию фосфора в растворе образца.

9.3 Градуировочный график

9.3.1 В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ пипеткой вносят по 20 $см^3$ каждого градуировочного (стандартного) раствора фосфата.

К этим растворам добавляют по 30 $см^3$ окрашивающего реактива. Доводят объем до метки водой для получения концентраций 10, 20, 40, 50 и 60 мкг/$см^3$ P_2O_5, соответственно. Содержимое колбы перемешивают и выдерживают не менее 15 мин.

9.3.2 Измеряют оптическую плотность в соответствии с 9.6.

9.3.3 Строят градуировочный график, откладывая измеренные значения оптической плотности против соответствующих концентраций разбавленных стандартных растворов фосфата и проводя прямую линию через отложенные точки и начало координат.

Для каждой серии анализов строят новый градуировочный график.

9.4 Проводят два единичных определения в одинаковых условиях в соответствии с 9.1—9.3.

10 Обработка результатов

Массовую долю общего фосфора X, %, выраженную в виде массовой доли пентоксида фосфора (пятиокиси фосфора), вычисляют по формуле

$$X = \frac{c}{20\,m}, \qquad (1)$$

где c — концентрация пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, мкг/$см^3$;

m — масса навески, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

11 Контроль точности метода

Точность метода установлена межлабораторными испытаниями в соответствии с [1, 2] только для колбасных изделий.

11.1 Сходимость

Расхождение между результатами двух единичных определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в одной лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, выполненными за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,007 %.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух единичных определений, если удовлетворяются условия сходимости, округленное до второго десятичного знака.

11.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно превышать 0,0117 %.

12 Оформление результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на метод, в соответствии с которым производился отбор проб;
- ссылку на используемый метод;
- полученные результаты;
- сходимость.

В протоколе испытаний должны быть отражены все подробности проведения испытания, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными, которые могли повлиять на результат.

Протокол испытаний должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] Bundesverband der Deutschen Feinkostindustrie eV. Untersuchungsmethoden für die Feinkostindustrie. Bonn, Germany, 1978

[2] Bestimmung des Gesamtphosphorgehaltes in Fleisch und Fleischerzeugnissen. Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach 35 LMGB, Method 06.00-9, Beuth Verlag. Berlin, December 1992

УДК 637.5:543.06:006.354 ОКС 67.120.10 Н19 ОКСТУ 9209, 9210

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, продукты животного происхождения, пищевые продукты, мясо, мясо птицы, мясные продукты, химические анализы, определение содержания, фосфор, спектрофотометрические методы, спектрометрический анализ

gost.e-ecolog.ru