ГОСТ Р 51454—99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Метод определения массовых долей нитратов и нитритов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ГУ ВНИМИ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 186 «Молоко и молочные продукты»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 609-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 8195—87 «Казеины и казеинаты. Определение содержания нитратов и нитритов. Метод с восстановлением кадмием и спектрометрированием»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2011 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

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

КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

Метод определения массовых долей нитратов и нитритов

Caseins and caseinates.
Methods for determination of nitrate and nitrite contents

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на казеины и казеинаты и устанавливает метод определения массовых долей нитратов и нитритов.

Метод определения массовых долей нитратов и нитритов в казеинах и казеинатах основан на экстрагировании нитратов и нитритов водой, очистке экстракта, восстановлении нитратов до нитритов в кадмиевой колонке с последующим фотометрическим измерением интенсивности окраски соединения, образующегося при взаимодействии нитритов с ароматическими аминами.

Метод предназначен для экспортно-импортных операций.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Калий сернокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4174—77 Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Натрий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4456—75 Кадмий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8325—93 (ИСО 3598—86) Стекловолокно. Нити крученые комплексные. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13073—77 Проволока цинковая. Технические условия

ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка проб к анализу

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное

ГОСТ 27987—88 Анализаторы жидкости потенциометрические ГСП. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

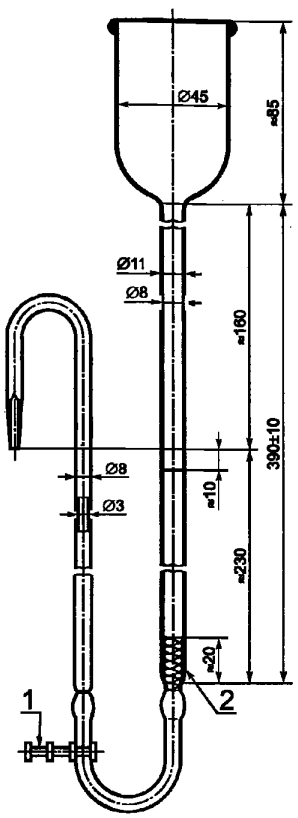
ИСО 707—97* Молоко и молочные продукты. Методы отбора проб

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

массовые доли нитратов и нитритов в казеинах и казеинатах: Отношение массы иона нитрата (NO_3^-) или иона нитрита (NO_2^-), содержащихся в навеске продукта, к массе навески продукта.

4 Аппаратура, материалы и реактивы



1 — зажим с винтом; *2* — прокладка из стекловаты

Рисунок 1 — Колонка кадмиевая

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 и 1000 г.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Анализатор жидкости потенциометрический по ГОСТ 27987 с пределами допускаемой основной погрешности измерения ±0,05 pH.

Мешалка магнитная.

Колбы мерные по ГОСТ 25336 вместимостью 10; 50 и 1000 $см^3$.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 и 500 $см^3$.

Пипетки по ГОСТ 29227 вместимостью 2; 5; 10 и 25 $см^3$, 2-го класса точности.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 5, 10, 25, 50, 100, 500 и 1000 $см^3$, 2-го класса точности.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Воронки стеклянные по ГОСТ 1770 диаметром 7 см, с коротким отводом.

Гомогенизатор.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 средней фильтрации.

Стакан по ГОСТ 25336 типа В, исполнения 1, вместимостью 250 и 600 $см^3$.

Пробирки по ГОСТ 1770, вместимостью 40 $см^3$ со шлифованными шейками и притертыми пробками.

Колонка кадмиевая (рисунок 1).

Шкаф сушильный лабораторный, позволяющий поддерживать температуры от 105 до 110 °С и (115±5) °С.

Спектрофотометр для измерения оптической плотности с длиной волны 538 нм, снабженный кварцевыми кюветами длиной оптического пути 10 мм и 20 мм.

Устройство измельчающее, позволяющее измельчать пробу без ее нагрева, потери или поглощения влаги.

Сито из проволочной сетки диаметром 200 мм номинальным размером стороны ячейки 500 мкм.

Медь сернокислая ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 4165, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 $г/см^3$, х. ч.

Цинк сернокислый ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) по ГОСТ 4174, ч. д. а.

---

* Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе соответствующего ИСО. С 11 августа 2008 г. действует ИСО 707:2008.

Калий железистосинеродистый 3-водный ($K_4[Fe(CN)_6]\cdot 3H_2O$) по ГОСТ 4207, х. ч.

Динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты по ГОСТ 10652 ($Na_2C_{10}H_{14}N_2O_8\cdot 2H_2O$).

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197 ($NaNO_2$), х. ч.

Калий азотнокислый (KNO_3) по ГОСТ 4168—79, х. ч.

Дигидрохлорид N-1-нафтилэтилендиамин ($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2\cdot 2HCl$) (НЭДА) [1].

Сульфаниламид ($NH_2C_6H_4SO_2NH_2$) [2].

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3, х. ч.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467, диаметром гранул кадмия от 0,3 до 0,8 мм.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456, ч. д. а.

Аммиак водный (NH_3) по ГОСТ 3760, х.ч.

Проволока цинковая по ГОСТ 13073, изготовленная из цинка по ГОСТ 3640 марки ЦВ.

Цинк металлический гранулированный.

Стекловолокно по ГОСТ 8325.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 свежеприготовленная.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций — по ИСО 707.

6 Подготовка к определению

6.1 Приготовление рабочих растворов

6.1.1 Раствор сернокислой 5-водной меди (II)

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 20 г сернокислой 5-водной меди (II), доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают до полного ее растворения.

6.1.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 2 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают 200 см^3 дистиллированной воды, приливают 160 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.1.3 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают 100 см^3 дистиллированной воды, приливают 50 см^3 соляной кислоты по 6.1.2 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.2 Приготовление растворов для осаждения белка и жира

6.2.1 Раствор сернокислого цинка

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 53,5 г сернокислого цинка и доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.2.2 Раствор железистосинеродистого 3-водного калия

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 17,2 г железистосинеродистого 3-водного калия и доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.2.3 Раствор динатриевой соли этилендиамин-тетрауксусной кислоты (трилон Б)

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 33,5 г динатриевой соли этилендиамин-тетрауксусной кислоты (трилон Б) и доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.2.4 Раствор сульфата кадмия

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 40,0 г сульфата кадмия, растворяют в воде и доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.3 Приготовление растворов для окрашивания

6.3.1 Раствор № 1

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают 500 см^3 дистиллированной воды, приливают 450 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.3.2 Раствор № 2

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 75 см^3 дистиллированной воды, приливают 5 см^3 концентрированной соляной кислоты и вносят 0,5 г сульфаниламида, подогревая смесь на во-

дяной бане до полного растворения сульфаниламида. Затем охлаждают до комнатной температуры и доводят объем дистиллированной водой до метки. При необходимости фильтруют.

6.3.3 Раствор № 3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,1 г дигидрохлорида N-1-нафтилэтилендиамина и доводят объем дистиллированной водой до метки. При необходимости фильтруют. Раствор хранят не более 7 дней в плотно закрытой темной склянке в холодильнике.

6.4 Приготовление стандартного раствора азотистокислого натрия (нитрита натрия) массовой концентрацией (NO_2^-) 0,001 г/дм^3

6.4.1 Основной раствор

6.4.1.1 В сушильном шкафу при температуре (115±5) °С высушивают 5 г азотистокислого натрия (нитрита натрия) до постоянной массы (до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г).

6.4.1.2 В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 0,150 г нитрита натрия по 6.4.1.1, растворяют в дистиллированной воде, затем доливают водой до метки и перемешивают.

Используют раствор в день приготовления.

6.4.2 Стандартный раствор массовой концентрацией (NO_2^-) 0,001 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 основного раствора нитрита натрия по 6.4.1, 20 см^3 буферного раствора по 6.6, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

6.5 Приготовление стандартного раствора азотнокислого калия (нитрата калия) массовой концентрации (NO_3^-) 0,0045 г/дм^3

6.5.1 Основной раствор

6.5.1.1 В сушильном шкафу при температуре (115±5) °С 5 г нитрата калия высушивают до постоянной массы (до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г).

6.5.1.2 В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 1,468 г нитрата калия по 6.5.1.1, растворяют в дистиллированной воде, затем доливают водой до метки и перемешивают.

6.5.2 Стандартный раствор

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят пипеткой 5 см^3 основного раствора нитрата калия по 6.5.1 и 20 см^3 буферного раствора по 6.6, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Готовят раствор в день использования.

6.6 Приготовление буферного раствора, pH 9,6—9,7

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 600 см^3 дистиллированной воды, приливают 50 см^3 концентрированной соляной кислоты и перемешивают. Затем приливают 135 см^3 раствора аммиака, доводят объем водой до метки и перемешивают. Доводят активную кислотность раствора до 9,6—9,7 pH.

Возможно использование эквивалентного количества более концентрированного раствора аммиака, например 100 см^3 раствора плотностью ρ_{20} = 0,88 г/см^3.

7 Подготовка колонки

7.1 Свежеприготовленная дистиллированная или деионизированная вода, используемая для подготовки колонки, проверки ее восстанавливающей способности и регенерации колонки, должна быть свежевскипяченная и охлажденная до комнатной температуры.

7.2 Получение гранул кадмия

В случае отсутствия металлического гранулированного кадмия проводят подготовку гранул.

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают от 200 до 400 г проволочных стержней цинка длиной на 30—40 мм больше высоты стакана и наливают водный раствор с массовой концентрацией сернокислого кадмия 40 г/дм^3. Уровень раствора в стакане составляет две трети высоты стакана. Через 24 ч соскабливают налет пористого кадмия с поверхности стержней в стакан с раствором сернокислого кадмия. Процедуру повторяют до получения не менее 120 г пористого кадмия. Удаляют из стакана цинковые стержни. Затем сливают раствор сульфата кадмия, добавляют дистиллированной воды, переносят водную суспензию кадмия в стакан гомогенизатора и измельчают пористый кадмий до получения гранул размером 0,3—0,8 мм. Слоем воды вновь переносят кадмий из гомогениза-

тора в химический стакан вместимостью 600 см^3, промывают пористый кадмий два—три раза дистиллированной водой, декантацией удаляя мелкие частицы кадмия. Контакт гранул кадмия с воздухом не допускается.

7.3 Подготовка кадмия к омеднению

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 40—60 г гранул кадмия металлического на каждую колонку. Заливают поверхность гранул раствором соляной кислоты по 6.1.2. Перемешивают круговыми движениями в течение 3—5 мин, сливают раствор соляной кислоты, затем заливают гранулы кадмия дистиллированной водой, вращательными движениями перемешивают содержимое колбы и промывают несколько раз до нейтральной активности с нитратом серебра.

7.4 Омеднение кадмия

В колбу с подготовленными гранулами кадмия по 7.2 вносят от 100 до 150 см^3 раствора сернокислой меди по 6.1.1 и перемешивают круговыми движениями в течение 1 мин. Сливают раствор сернокислой меди и немедленно заливают поверхность гранул омедненного кадмия дистиллированной водой. Затем промывают гранулы омедненного кадмия несколько раз, следя за тем, чтобы он все время был покрыт водой.

7.5 Подготовка кадмиевой колонки

7.5.1 На дно восстановительной колонки помещают прокладку из стекловаты в соответствии с рисунком 1, высота прокладки стекловаты должна быть 20 мм. Заполняют колонку дистиллированной водой.

7.5.2 Затем водную суспензию омедненного кадмия помещают в колонку при минимальном контакте с воздухом. Высота слоя омедненного кадмия должна быть от 150 до 200 мм.

7.5.3 После этого пропускают через колонку раствор, состоящий из 750 см^3 дистиллированной воды, 225 см^3 стандартного раствора нитрата калия по 6.5, 20 см^3 буферного раствора по 6.6 и 20 см^3 раствора динатриевой соли этилендиамин-тетрауксусной кислоты по 6.2.3, со скоростью потока не более 6 см^3/мин. Затем промывают колонку дистиллированной водой не менее 50 см^3.

Примечания

1 Не допускают скопления воздушных пузырьков на поверхности омедненного кадмия.

2 Уровень жидкости должен покрывать поверхность гранул омедненного кадмия.

7.6 Проверка восстановительной способности колонки

Восстановительную способность колонки проверяют перед началом и после проведения измерений.

7.6.1 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 собирают элюат, пропуская через колонку смесь 20 см^3 стандартного раствора нитрата калия по 6.5 и 5 см^3 буферного раствора по 6.6 со скоростью потока не более 6 см^3/мин.

7.6.2 Затем колонку промывают двумя последовательными порциями по 15 см^3 дистиллированной воды. Заполняют восстановительную колонку полностью дистиллированной водой и промывают ее при полностью открытом кране колонки.

7.6.3 Когда в мерную колбу вместимостью 100 см^3 соберут около 100 см^3 элюата, доливают объем водой до метки и перемешивают.

7.6.4 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой переносят 10 см^3 элюата по 7.6.3, доливают объем до 60 см^3 дистиллированной воды.Затем последовательно вносят 6 см^3 раствора № 1 по 6.3.1 и 5 см^3 раствора № 2 по 6.3.2, перемешивают и оставляют на 5 мин при комнатной температуре в защищенном от света месте.Потом добавляют 2 см^3 раствора № 3 по 6.3.3, перемешивают и оставляют на 5 мин при комнатной температуре в защищенном от света месте. Доливают раствор дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

В течение 15 мин после приготовления измеряют оптическую плотность раствора относительно контрольного образца при длине волны 538 нм.

7.6.5 По калибровочному графику определяют массовую концентрацию нитрита NO_2^- в микрограммах на кубический сантиметр в разведенном элюате по 7.6.4 и рассчитывают восстановительную способность колонки в процентах (100 %-ная восстанавливающая способность имеет место при массовой концентрации нитрита (NO_2^-) 0,067 мкг/см^3).

7.7 Регенерация колонки

Регенерацию колонки проводят после испытаний и в случае снижения восстановительной способности колонки до 95 %.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 5 см^3 раствора динатриевой соли этилендиамин-тетрауксусной кислоты по 6.2.3 и 2 см^3 раствора соляной кислоты по 6.1.3, доливают дистилли-

рованной водой до метки и перемешивают. Затем пропускают раствор через восстановительную колонку при скорости потока 10 см^3/мин.

При необходимости повторяют процедуру по 7.5.3.

7.8 Контрольный раствор

Раствор готовят в соответствии с 9.2, 9.3, 9.4.1—9.4.3 включительно с использованием тех же объемов всех реагентов, но не используя навеску казеина или казеината.

7.9 Построение калибровочного графика

7.9.1 В семь мерных колб вместимостью 100 см^3 наливают при помощи пипетки 0; 2; 4; 6; 8; 12; 20 см^3 стандартного раствора нитрита натрия по 6.4.2. В каждую мерную колбу доливают дистиллированную воду до общего объема, равного 60 см^3.

7.9.2 Затем в каждую мерную колбу приливают по 6 см^3 раствора № 1 по 6.3.1, добавляют по 5 см^3 раствора № 2 по 6.3.2 и тщательно перемешивают, оставляя на 5 мин при комнатной температуре в защищенном от света месте.

7.9.3 Добавляют по 2 см^3 раствора № 3 по 6.3.3, перемешивают, оставляя на 5 мин при комнатной температуре в защищенном от света месте, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.9.4 В течение 15 мин после приготовления раствора по 8.8.3 измеряют его оптическую плотность относительно оптической плотности раствора, не содержащего нитрита натрия, при длине волны 538 нм.

7.9.5 Строят калибровочный график зависимости относительной оптической плотности растворов от массовой концентрации нитрита в микрограммах на кубический сантиметр по 7.9.1.

8 Подготовка пробы

8.1 В колбу вместимостью 250 см^3 помещают (50±1) г казеината или казеина, закрывают колбу пробкой и перемешивают не менее чем десятикратным переворачиванием и встряхиванием колбы.

8.2 Тщательно перемешанную пробу переносят на лабораторное сито.

8.3 Если 50 г пробы полностью просеивается через сито, то проба пригодна для дальнейшей работы.

8.4 Если проба полностью или частично не проходит, то с помощью мельницы размалывают (50±5) г пробы. Пробу просеивают и переносят в колбу, вместимостью 250 см^3, закрывают пробкой и тщательно перемешивают не менее чем десятикратным переворачиванием колбы. Во время проведения этих работ исключают попадание влаги в продукт.

9 Проведение определения

9.1 Отбирают навеску пробы массой (10±0,01) г для казеина или (2±0,01) г для казеината по 8.4.

9.2. Получение фильтрата

9.2.1 В коническую колбу вместимостью 500 см^3 помещают навеску казеина или казеината по 9.1, постепенно добавляют 136 см^3 дистиллированной воды температурой от 50 до 55 °С и 10 см^3 буферного раствора по 6.6, периодически встряхивая и используя магнитную мешалку, перемешивают до полного ее растворения.

9.2.2 Затем последовательно доливают 12 см^3 раствора сернокислого цинка по 6.2.1, 12 см^3 раствора железистосинеродистого 3-водного калия по 6.2.2 и 30 см^3 буферного раствора по 6.6, тщательно перемешивая вращением после внесения каждого компонента.

9.2.3 Оставляют смесь в покое от 15 до 60 мин до получения прозрачного раствора. Затем фильтруют отстоявшийся раствор через фильтровальную бумагу, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см^3.

9.3 Получение элюата (восстановление нитрата до нитрита)

9.3.1 В приемную часть восстановительной колонки в соответствии с рисунком 1 пипеткой отмеряют 20 см^3 фильтрата по 9.2.3, вносят 5 см^3 буферного раствора по 6.6 и аккуратно перемешивают стеклянной палочкой. Пропускают смесь через восстановительную колонку.

9.3.2 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 собирают элюат при скорости потока не более 6 см^3/мин. Затем промывают колонку двумя последовательными порциями дистиллированной воды по 15 см^3, полностью заполняют колонку дистиллированной водой и пропускают при полностью открытом кране.

9.3.3 Собранный элюат доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

9.4 Проведение определения

9.4.1 В две мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят равные объемы (например, по 25 см^3) фильтрата по 9.2.3 и элюата по 9.3.3.

9.4.2 Затем в каждую мерную колбу доливают дистиллированной воды до общего объема равного 60 см^3.

9.4.3 Затем последовательно вносят по 6 см^3 раствора № 1 по 6.3.1, по 5 см^3 раствора № 2 по 6.3.2, тщательно перемешивают и оставляют в покое на 5 мин при комнатной температуре в защищенном от света месте.

9.4.4 Вносят по 2 см^3 раствора № 3 по 6.3.3, тщательно перемешивая, и оставляют в покое на 5 мин при комнатной температуре в защищенном от света месте. Затем доливают объемы дистиллированной водой до метки и перемешивают.

9.4.5 Определяют оптические плотности растворов относительно оптической плотности контрольного раствора по 7.8 при длине волны 538 нм. Определение проводят не позднее 15 мин после подготовки растворов.

10 Обработка результатов

10.1 Массовую долю нитрита X, мг/кг (NO_2^-), вычисляют по формуле

$$X = \frac{20000c_1}{mV}, \qquad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация, определяемая по калибровочному графику, соответствующему оптической плотности раствора по 9.4.5, полученного с использованием фильтрата по 9.2.3, мкг/см^3;

m — масса навески продукта по 9.1, г;

V — объем фильтрата по 9.4.1, см^3.

Результат вычисления округляют до первого десятичного знака.

10.2 Массовая доля нитрата

Массовую долю нитрата X_1, мг/кг (NO_3^-), вычисляют по формуле

$$X_1 = 1{,}35\left[\frac{100000c_2}{mV} - X(NO_2^-)\right], \qquad (2)$$

где c_2 — массовая концентрация, определяется по калибровочному графику, соответствующему оптической плотности раствора по 9.4.5, полученного с использованием элюата по 9.3.3, мкг/см^2;

m — масса навески продукта по 9.1, г;

V — объем элюата по 9.4.1, см^3.

Результат вычисления округляют до первого десятичного знака.

Примечание — Массовую долю нитрата X_2, мг/кг (NO_3^-), с учетом восстановительной способности колонки вычисляют по формуле

$$X_2 = 1{,}35\left[\frac{100000c_2}{mV} - X(NO_2^-)\right]\frac{100}{r}, \qquad (3)$$

где r — восстановительная способность колонки в конце серии определений.

11 Метрологические характеристики

11.1 Сходимость для нитритов

Разность двух результатов определений, полученных при анализе одной и той же пробы одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, не должна превышать 1,0 мг/кг при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

11.2 Сходимость для нитратов

Разность двух результатов определений, полученных при анализе одной и той же пробы одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, не должна превышать 3,0 мг/кг при массовой доле нитратов не более 30,0 мг/кг при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При массовой доле нитратов более 30,0 мг/кг разность двух результатов определений, полученных при анализе одной и той же пробы одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, не должна превышать 10 % среднеарифметического результата двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,90$.

11.3 Если расхождение результатов двух параллельных определений (сходимость) превышает требования 11.1—11.2, то повторно проводят два новых определения.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-15.420—80 N-1-нафтиламин-дигидрохлорид
[2] ГФ, ст. 633 Амид сульфаниловой кислоты фармакопейный

УДК 637.2/.3/.147.2:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, молочные продукты, казеины, химический анализ, определение содержания, нитраты, нитриты, анализ спектральный, оборудование контрольно-измерительное

gost.e-ecolog.ru