ГОСТ Р 50453—92
(ИСО 937—78)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания азота (арбитражный метод)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.517:001.4:006:354 Группа Н19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания азота (арбитражный метод)

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

ГОСТ Р 50453—92

(ИСО 937—78)

ОКС 67.120.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 1994—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на метод определения массовой доли азота в мясе и мясопродуктах.

2 Ссылки

ГОСТ 26889—86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля

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

3 Определение

Массовая доля азота в мясе и мясных продуктах — количество азота, соответствующее количеству аммиака, образовавшемуся и измеренному в условиях, изложенных в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Сжигание навески концентрированной серной кислоты при использовании катализатора — сульфата меди (II) с целью превращения органического азота в ионы аммония, подщелачивание, дистилляции высвободившегося аммиака в избыточный раствор борной кислоты, титрование соляной кислотой для определения количества аммиака, связанного борной кислотой, и расчет массовой доли азота в пробе продукта, исходя из количества образовавшегося аммония.

5 Реактивы

Все используемые реактивы должны быть аналитически чистыми. Нужно использовать дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Сульфат меди (II), пентагидрат ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).

5.2 Сульфат калия (K_2SO_4); безводный.

5.3 Серная кислота, ρ_{20} 1,84 г/дм^3.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992
© 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

5.4 Раствор гидроокиси натрия, не содержащий карбонат, содержащий приблизительно 33 г гидроокиси натрия (NaOH) на 100 г раствора.

Растворить 500 г гидроокиси натрия в 1000 $см^3$ воды.

5.5 Раствор борной кислоты.

Растворить 40 г борной кислоты (H_3BO_3) в воде и разбавить до 1000 $см^3$.

5.6 Соляная кислота, 0,1 моль/$дм^3$ стандартный титрованный раствор, нормальность которого известна до четвертого знака.

5.7 Индикаторный раствор.

Смесь индикаторов (метиловый красный; метиленовый синий), приготовленная растворением 2 г метилового красного и 1 г метиленового синего в 1000 $см^3$ 95 %-ного (*V/V*) этанола. Изменение окраски индикаторного раствора происходит при pH 5,4.

Хранить 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.

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в 6.1—6.8.

6.1 Механический волчок для мяса лабораторного размера, оснащенный решеткой с отверстиями диаметром не более 4 мм.

6.3 Бюретка вместимостью 50 $см^3$ по НД.

6.4 Колба Кьельдаля, 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.

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

6.7 Эффективное приспособление для отсасывания кислых паров, которые выделяются при минерализации.

6.8 Аналитические весы.

7 Отбор проб

7.1 Отбор представительной пробы массой не менее 200 г — по ГОСТ Р 51447.

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

8 Методика

8.1 Приготовление опытного образца

Гомогенизировать образец, пропуская его минимум дважды через волчок (п. 6.1) и перемешивая. Хранить образец в герметично закупоренной до конца заполненной стеклянной банке таким образом, чтобы избежать порчи и изменения состава. Анализировать образец по возможности сразу после гомогенизации, но не позднее чем через 24 ч.

8.2 Навеска для проведения анализа

Поместить несколько регуляторов кипения (5.8) в колбу Кьельдаля (6.4), затем добавить примерно 15 г безводного сульфата калия (5.2) и 0,5 г сульфата меди (II) (5.1).

Отвесить с точностью до 0,001 г примерно 2 г (или 1,5 г в том случае, если образец содержит большое количество жира) опытного образца (8.1) на кусочек жиронепроницаемой бумаги (6.2).

Поместить жиронепроницаемую бумагу и навеску в колбу Кьельдаля.

8.3 Определение

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

Поместить колбу в наклонном положении (под углом около 40° от вертикального положения) на нагревательное устройство (6.6). Сначала колбу слегка нагреть до окончания пенообразования и до полной минерализации содержимого. Затем продолжить 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. Продолжать кипятить жидкость еще в течение 90 мин.

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

Охладить до 40 °С и осторожно добавить примерно 50 см^3 воды. Перемешать и продолжить охлаждение.

Налить в коническую колбу вместимостью примерно 500 см^3 50 см^3 раствора борной кислоты (5.5) из мерного цилиндра, добавить 4 капли индикаторного раствора (5.7), перемешать и подсоединить колбу к холодильнику дистилляционного аппарата (6.5) таким образом, чтобы выходное отверстие наконечника погрузилось в жидкость.

Обработать содержимое колбы Кьельдаля одним из следующих способов:

а) при паровой дистилляции:

поместить содержимое колбы Кьельдаля в аппарат для дистилляции и промыть колбу примерно 50 см^3 воды. Добавить 100 см^3 раствора гидроокиси натрия (5.4) с помощью мерного цилиндра, осторожно вливая вдоль наклонного горлышка колбы таким образом, чтобы два слоя содержимого колбы не перемешивались. После этого немедленно присоединить колбу к перегонной насадке дистилляционного аппарата. Нагреть щелочную жидкость, пропуская через нее пар до начала кипения, и кипятить в течение 20 мин. Сначала слегка нагревать до небольшого образования пены. Собранное количество дистиллята должно быть не менее 150 см^3;

б) при обычной дистилляции:

осторожно разбавить содержимое колбы Кьельдаля примерно 30 см^3 воды и перемешать, вращая колбу с жидкостью. Если необходимо, перелить все в колбу вместимостью 1000 см^3. Примерно через 15 мин добавить 100 см^3 раствора гидроокиси натрия (5.4) из мерного цилиндра, осторожно наливая вдоль наклонного горлышка колбы таким образом, чтобы два слоя в колбе не перемешивались. Сразу же после этого присоединить колбу к перегонной насадке дистилляционного аппарата.

Перегнать примерно 150 см^3 жидкости, даже если смесь иногда вскипает. Продолжить 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 опустить коническую приемную колбу до завершения дистилляции таким образом, чтобы выходное отверстие наконечника располагалось над уровнем жидкости. Промыть выходное отверстие наконечника небольшим количеством воды. Проверить окончание дистилляции аммиака с помощью красной лакмусовой бумажки, смоченной дистиллированной водой; ее цвет не должен измениться под влиянием капель из конденсатора. Нагревание прекращают. Если дистилляция еще не завершена, проводят повторное определение, тщательно выполняя методические указания.

Оттитровать содержимое конической приемной колбы раствором соляной кислоты (5.6). Объем соляной кислоты, используемой на титрование, определить с точностью до 0,02 см^3.

Проводить два параллельных определения одного и того же образца.

8.4 Контрольный опыт

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

9 Выражение результатов

9.1 Метод подсчета и формула

Массовую долю азота в процентах от массы продукта вычисляют по формуле

$$0{,}0014 \cdot (V_1 - V_0) \cdot \frac{100}{m},$$

где V_0 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, необходимый для проведения слепого опыта, см^3;

V_1 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, необходимый для определения, см^3;

m — масса навески, г.

Примечание — Если используемый стандартный титрованный раствор соляной кислоты не имеет точно такую концентрацию, как указано в 5.6, то необходимо для подсчета результата использовать соответствующий поправочный коэффициент.

В качестве окончательного результата берут среднеарифметическое значение результатов двух определений в том случае, если требование воспроизводимости анализа (см. 9.2) удовлетворено.

Результат приводят с точностью до 0,01 г азота на 100 г образца.

9.2 Воспроизводимость анализа

Разница между результатами двух определений, выполненных почти одновременно или с небольшим промежутком времени одним и тем же химико-аналитиком, не должна превышать 0,10 г азота на 100 г образца.

10 Примечание по методике

10.1 Определение необходимости проводить в лаборатории свободной от паров аммиака.

10.2 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 отчете об эксперименте.

10.3 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.

11 Отчет об эксперименте

В отчете об эксперименте должен быть указан использованный метод и полученный результат по азоту. Если результат по белку также необходим, нужно указать коэффициент. Должны быть указаны условия проведения эксперимента, которые не указаны в настоящем стандарте или считаются необязательными (в частности, если определение проводят в кратном количестве содержимого колбы Кьельдаля, см. 10.2), а также любые обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 25 декабря 1992 г.

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 937—78 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания азота (арбитражный метод) и полностью ему соответствует

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2010 г.

gost.e-ecolog.ru