ГОСТ 8558.2—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.525:546.175.06:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения нитрата

Meat products.
Methods for determination of nitrate

ГОСТ 8558.2—78

МКС 67.120.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на мясные продукты всех видов, а также рассолы и посолочные смеси и устанавливает метод определения нитрата.

Метод основан на восстановлении нитрата до нитрита с помощью кадмиевой колонки, фотометрическом измерении интенсивности окраски, образующейся при взаимодействии сульфаниламида и N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорида с нитритом, определении количества последнего и пересчете его на нитрат за вычетом нитрита, содержащегося в продукте.

Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 3091—75.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Пробы колбасных изделий, продуктов из свинины, говядины, баранины, мяса птицы отбирают по ГОСТ 9792*.

1.2. Пробы консервов отбирают по ГОСТ 8756.0.

1.3. Рассол для анализа отбирают в количестве 500 $см^3$.

1.4. Пробы посолочной смеси отбирают от 1 % упаковочных единиц (но не менее чем от трех упаковочных единиц) общей массой не менее 500 г.

1.5. Пробы к анализу готовят следующим образом. С колбасных изделий снимают оболочку; с фаршированных колбас и языков в шпике — поверхностный слой шпика и оболочки; с окорочков, лопаток, рулетов, корейки и грудинки — поверхностный слой шпика; затем пробы дважды пропускают через мясорубку с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Продукты, состоящие из шпика с промежуточными слоями мышечной ткани (ветчина в форме, прессованный бекон и аналогичные им) измельчают полностью.

Полученный фарш тщательно перемешивают, помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью от 200 до 400 $см^3$, заполнив ее, и закрывают крышкой.

1.6. Пробу хранят при (4±2) °С до окончания анализа. Анализ проводят не позднее чем через 24 ч после отбора проб. Пробу сырых продуктов анализируют сразу после измельчения.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электрическая бытовая по ГОСТ 20469 с диаметром отверстий в решетке от 3 до 4 мм.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104** с наибольшим пределом взвешивания 200 г, второго класса точности.

Гомогенизатор.

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 г.

** На территории Российской Федерации дополнительно действует ГОСТ Р 51447—99.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**
© Издательство стандартов, 1978
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Баня водяная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, 1—100—2 или 2—100—2; 1—200—2 или 2—200—2; 1—250—2 или 2—250—2; 1—500—2 или 2—500—2; 1—1000—2 или 2—1000—2.

Воронки по ГОСТ 25336, В-36—80; В-100—150 ХС.

Пипетки по НТД.

Чашка по ГОСТ 25336, ЧКЦ-1—1000 или ЧКЦ-2—1000; ЧКЦ-1—2500 или ЧКЦ-2—2500.

Колонка стеклянная редукционная.

Стакан по ГОСТ 25336, В-1—250 или Н-1—250 ТХС.

Фильтры бумажные.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный, обеспечивающий измерения в интервалах длин волн 490—590 нм, или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, ч.д.а.

Цинк металлический гранулированный по ТУ 6—09—5294.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823, ч.д.а.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х.ч.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199, ч.д.а.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., концентрированная (плотность 1,19 г/см^3), 0,1 моль/дм^3 раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4197, ч.д.а.

Стрептоцид белый (сульфаниламид).

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорид.

Вата стеклянная.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Растворы для осаждения белков

3.1.1. Реактив Карреза 1. 106 г железистосинеродистого калия растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см^3. Реактив хранят в склянке из темного стекла не более месяца.

3.1.2. Реактив Карреза 2. 220 г уксуснокислого цинка и 30 см^3 ледяной уксусной кислоты растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см^3. Реактив хранят не более месяца.

3.1.3. Насыщенный раствор буры. 50 г тетраборнокислого натрия растворяют в 1000 см^3 воды с температурой (50±2) °С и охлаждают до температуры (20±2) °С.

3.2. Раствор сернокислого кадмия

37 г сернокислого кадмия растворяют в воде и разбавляют водой до 1000 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Аммонийный буфер (pH 9,6—9,7). 20 см^3 концентрированной соляной кислоты растворяют в 500 см^3 воды, перемешивают, добавляют 10 г трилона Б и 55 см^3 концентрированного аммиака, доливают водой до 1000 см^3, перемешивают и проверяют pH.

3.4. Растворы для проведения цветной реакции

3.4.1. Раствор 1. 2 г сульфаниламида растворяют в 400 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и доводят раствором соляной кислоты до объема 1000 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

3.4.3. Раствор 2. 0,25 г N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорида растворяют в воде, доливают водой до 250 см^3 и перемешивают. Реактив хранят в темной склянке в холодильнике не более месяца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Стандартный раствор азотнокислого калия

1,465 г азотнокислого калия растворяют в воде и доводят водой до 100 см^3. 5 см^3 полученного раствора пипеткой наливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят водой до метки.

Полученный раствор содержит в 1 см^3 73,25 мкг азотнокислого калия. Раствор готовят в день проведения анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. Приготовление губчатого кадмия

Цинковые гранулы средней величины (100—120 шт.) распределяют по дну кристаллизатора диаметром от 25 до 30 см и заливают раствором сернокислого кадмия. Через 3—4 ч осадок кадмия отделяют от цинка и помещают в стакан с водой, избегая соприкосновения с воздухом, и дважды промывают водой.

Осадок кадмия и 400 см^3 раствора соляной кислоты помещают в гомогенизатор и измельчают 10 с. Измельченный кадмий переносят в стакан и отмывают водой от пылевидных частиц. После этого его оставляют на ночь в 0,1 моль/дм^3 растворе соляной кислоты, перемешивают несколько раз для удаления всех пузырьков газа из кадмия. Кадмий необходимо хранить под слоем воды.

3.7. Подготовка редукционной колонки

Дно редукционной колонки (см. черт. 1 приложения), имеющей поперечное сечение 7 мм, воронкообразное расширение (d=20 мм), пришлифованный край внизу и капилляр (d=3 мм) покрывают тонким слоем стеклянной ваты, предварительно смоченной водой. Колонку заполняют водой и промытым губчатым кадмием на высоту 170 мм. Слой кадмия во время заполнения периодически перемешивают стальной проволокой, чтобы в колонке не оставалось пузырьков воздуха.

Скорость потока жидкости из колонки не должна превышать 3 см^3/мин.

Перед употреблением редукционную колонку промывают последовательно 25 см^3 раствора соляной кислоты, 50 см^3 воды и 25 см^3 разбавленного 1:9 аммонийного буфера. Уровень жидкости всегда должен быть выше кадмия.

Проверяют восстановительную способность редукционной колонки согласно пп. 4.3 и 4.4, используя вместо испытуемого обезбелоченного фильтрата стандартный раствор азотнокислого калия.

Если концентрация нитрита в растворе по градуировочному графику будет ниже 0,9 мкг нитрита в 1 см^3 (т.е. 90 % теоретического значения), то редукционную колонку нельзя использовать для анализа. Необходимо кадмий перенести в химический стакан и залить на ночь 0,1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты, промыть его водой и подготовить колонку по п. 3.7.

3.8. Стандартные растворы азотистокислого натрия

Для приготовления основного раствора азотистокислого натрия отвешивают навеску реактива, содержащую точно 1 г азотистокислого натрия, растворяют в воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Пример расчета. При использовании азотистокислого натрия х.ч., массу навески (X) в граммах вычисляют по формуле

$$X = \frac{100 \cdot 1}{99} = 1{,}0101,$$

где 99 — масса основного вещества в 100 г реактива.

Для приготовления рабочего раствора 25 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Из полученного рабочего раствора готовят серию стандартных растворов. 2; 5 и 10 см^3 рабочего раствора пипеткой вносят в три мерные колбы вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Полученные стандартные растворы содержат в 1 см^3 соответственно 1; 2,5 и 5 мкг азотистокислого натрия.

Готовят три серии стандартных растворов, начиная каждый раз с приготовления основного раствора азотистокислого натрия из новой навески.

Стандартные растворы азотистокислого натрия не стойки и их готовят непосредственно перед построением градуировочного графика.

3.7, 3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.9. Построение градуировочного графика

3.9.1. В четыре мерные колбы вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят: в первую колбу для приготовления раствора сравнения 10 см^3 воды, а в остальные — по 10 см^3 стандартных растворов, содержащих 1,0; 2,5 и 5,0 мкг азотистокислого натрия в 1 см^3 раствора.

3.9.2. В каждую колбу добавляют по 50 см^3 воды и 10 см^3 раствора 1 для проведения цветной

реакции. Растворы в колбах перемешивают и выдерживают в темноте при (20±2) °С 5 мин, добавляют 2 см^3 раствора 2 для проведения цветной реакции, перемешивают и выдерживают в темноте при (20±2) °С 3 мин. Растворы в колбах доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют интенсивность красной окраски раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром или спектрофотометре, при длине волны 538 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см в отношении раствора сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.9.3. По полученным средним данным, из трех стандартных растворов строят на миллиметровой бумаге размером 25×25 см градуировочный график.

На оси абсцисс откладывают концентрацию азотистокислого натрия (мкг в 1 см^3 окрашенного раствора); на оси ординат — соответствующую оптическую плотность.

Градуировочный график должен проходить через начало координат. Пример градуировочного графика дан на черт. 2 приложения.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 10 г подготовленной к анализу пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3. В колбу с навеской добавляют последовательно 5 см^3 насыщенного раствора буры и 100 см^3 воды с температурой (75±2) °С.

Колбу с содержимым нагревают на кипящей водяной бане 15 мин, периодически встряхивая, затем охлаждают до (20±2) °С и, тщательно перемешивая, последовательно добавляют по 2 см^3 реактива Карреза 1 и реактива Карреза 2, затем доводят до метки и выдерживают 30 мин при (20±2) °С. Затем содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Параллельно проводят контрольный анализ на реактивы, помещая в мерную колбу вместимостью 200 см^3 вместо испытуемой пробы 10 см^3 воды.

4.2. В полученном фильтрате определяют массовую долю нитрита (X_1) по ГОСТ 8558.1 и массовую долю нитрата (X_2).

4.3. Для определения содержания нитрата 20 см^3 фильтрата пипеткой наливают в резервуар колонки и сразу же добавляют 5 см^3 аммонийного буфера.

Вытекающий из колонки раствор собирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, промывая колонку водой. Затем доводят уровень жидкости до метки и перемешивают.

4.4. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят не более 20 см^3 полученного из колонки раствора и доливают водой до объема не более 60 см^3. Добавляют 10 см^3 раствора 1 для проведения цветной реакции. Раствор перемешивают и выдерживают в темном месте при (20±2) °С 5 мин. Затем добавляют 2 см^3 раствора 2 для проведения цветной реакции, перемешивают и ставят в темное место на 3 мин. Доводят раствор до метки, перемешивают и измеряют интенсивность красной окраски раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром или спектрофотометре при длине волны 538 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см в отношении раствора сравнения.

Если оптическая плотность окрашенного раствора превышает максимальное значение оптической плотности по градуировочному графику, то цветную реакцию проводят с меньшей порцией раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю нитрата (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \left(\frac{M \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot v \cdot 10^6 \cdot 20} - X_1 \right) \cdot 1{,}465,$$

где M — массовая концентрация нитрита в 1 см^3 окрашенного раствора, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — навеска продукта, г;

v — количество раствора, взятое для цветной реакции, см^3;

X_1 — массовая доля нитрита в образце, %;

10^6 — коэффициент перевода в граммы;

1,465 — коэффициент пересчета нитрита на нитрат калия или

1,23 — коэффициент пересчета нитрита на нитрат натрия.

За окончательный результат испытаний принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений и вычисляют с точностью до 0,0001 %.

Предел возможных значений относительной погрешности измерений — 2 % при вероятности 0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

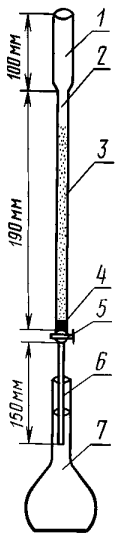
6. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ АНАЛИЗА

Расхождение между двумя параллельными определениями (т. е. выполненными одним аналитиком одновременно или непосредственно одно за другим) не должно превышать 0,0005 %.

Расхождение между результатами, полученными в двух разных лабораториях, не должно превышать 0,001 %.

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

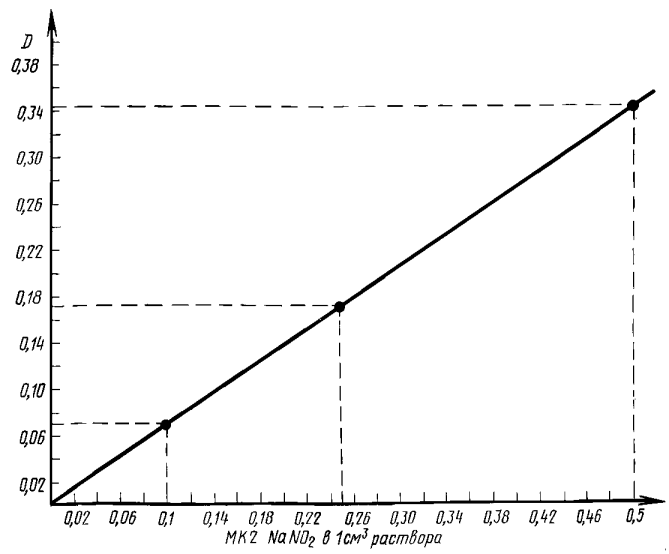
ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное



1 — воронкообразное расширение; *2* — колонка диаметром 7 мм; *3* — кадмий; *4* — стеклянная вата; *5* — кран; *6* — капилляр; *7* — мерная колба вместимостью 100 см^3

Черт. 1

Пример градуировочного графика для определения содержания нитрита с помощью фотоэлектроколориметра марки ФЭК-56 с зеленым светофильтром № 6 кювета 1 см



Черт. 2

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством мясной и молочной промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.11.78 № 3003**

3. **Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 3091—75**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 8558—68 в части определения нитрата**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4025—95	2
ГОСТ 4197—74	2
ГОСТ 4199—76	2
ГОСТ 4207—75	2
ГОСТ 4217—77	2
ГОСТ 4456—75	2
ГОСТ 5823—78	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 8756.0—70	1.2
ГОСТ 9792—73	1.1
ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 20469—95	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ТУ 6—09—5294—86	2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

7. **ИЗДАНИЕ (январь 2010 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1982 г., сентябре 1985 г., июне 1990 г. (ИУС 10—82, 12—85, 10—90)**

gost.e-ecolog.ru