МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения нитрита

Meat and meat products. Determination of nitrite content

ГОСТ 29299—92 (ИСО 2918—75)

МКС 67.120.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.01.94

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли нитрита в мясе и мясных продуктах.

2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Массовая доля нитрита в мясе и мясных продуктах: массовая доля нитрита, определенная в соответствии с методикой, установленной в данном стандарте, выраженная в миллиграммах нитрита натрия на килограмм (в частях на миллион).

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Экстрагирование пробы горячей водой, осаждение белков и фильтрование. Получение красной окраски в присутствии нитрита путем добавления к фильтрату аминобензола сульфамида и *N*-1-нафтилэтилендиамина дигидрохлорида и фотометрическое измерение при длине волны 538 нм.

5. РЕАКТИВЫ

Все реактивы должны быть аналитическими. Вода должна быть дистиллированной или иметь эквивалентную чистоту.

5.1. Раствор для осаждения белков

5.1.1 Реактив I

Растворяют в воде 106 г железосинеродистого калия [$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$] и разбавляют до 1000 см^3.

5.1.2. Реактив II

Растворяют в воде 220 г уксуснокислого цинка [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] и 30 см^3 ледяной уксусной кислоты и разбавляют до 1000 см^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

5.1.3. Бура, насыщенный раствор

Растворяют 50 г тетраборнокислого натрия ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) в 1000 см³ тепловатой воды и охлаждают до комнатной температуры.

5.2. Нитрит натрия, эталонные растворы

Растворяют в воде 1,000 г нитрита натрия ($NaNO_2$) и разбавляют до 100 см³ в мерной колбе с одной меткой. С помощью пипетки наливают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют до метки.

Готовят серию эталонных растворов, наливая с помощью пипетки 5, 10 и 20 см³ полученного раствора в мерные колбы вместимостью 100 см³ и доливая водой до метки. Полученные эталонные растворы содержат соответственно 2,5; 5,0 и 10,0 мкг нитрита натрия на 1 см³.

Эталонные растворы и разбавленный (0,05 г/дм³) раствор нитрита натрия, из которого их получают, следует готовить в день проведения анализа.

5.3. Растворы для получения окраски

5.3.1. Раствор I

Растворяют, подогревая на водяной бане, 2 г аминобензола сульфамида ($NH_2C_6H_4SO_2NH_2$) в 800 см³ воды. Охлаждают, при необходимости фильтруют и добавляют, помешивая, 100 см³ концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} 1,19 г/см³), затем доливают водой до 1000 см³.

5.3.2. Раствор II

Растворяют в воде 0,25 г *N*-1-нафтилэтилендиамина дигидрохлорида ($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$), доливают водой до 250 см³. Полученный раствор хранят в холодильнике, в хорошо укупоренной бутыли из коричневого стекла не более недели.

5.3.3. Раствор III

Разбавляют 445 см³ концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} 1,19 г/см³) водой до 1000 см³.

6. ОБОРУДОВАНИЕ

Обычное лабораторное оборудование, а также:

6.1. Механическая мясорубка лабораторного типа с перфорированной пластиной, диаметр отверстий которой не превышает 4 мм.

6.2. Аналитические весы.

6.3. Мерные колбы с одной меткой вместимостью 100, 200 и 1000 см³ в соответствии с ГОСТ 1770.

6.4. Пипетки с одной меткой вместимостью 10 см³, при необходимости с другой вместимостью в зависимости от аликвотной части фильтрата (п. 8.4.1), соответствующие требованиям ГОСТ 29169.

6.5. Кипящая водяная баня.

6.6. Фотоэлектрический колориметр или спектрофотометр с камерами, имеющими оптическую длину 1 см.

6.7. Гофрированная фильтровальная бумага диаметром около 15 см, не содержащая нитрита.

6.8. Коническая колба вместимостью 300 см³.

7. ПРОБА

7.1. Используют показательную пробу массой не менее 200 г (см. ГОСТ 9792).

7.2. Пробу для анализа готовят сразу (п. 8.1) или, если это невозможно, хранят пробу при температуре от 0 до 5 °С в течение не более 4 сут.

8. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

8.1. Приготовление пробы для анализа

Пропускают пробу через мясорубку (п. 6.1) не менее двух раз и перемешивают. Хранят в герметичном, целиком заполненном сосуде в охлажденном состоянии.

Анализ проводят не позднее чем через 24 ч после приготовления пробы.

Примечание. Продукты, не подвергавшиеся кулинарной обработке, испытывают сразу же после измельчения.

8.2. Образец для анализа

Взвешивают 10 г пробы с точностью до 0,001 г.

8.3. Освобождение от белков

8.3.1. Образец для анализа помещают в коническую колбу (п. 6.8) и добавляют последовательно 5 см^3 насыщенного раствора буры (п. 5.1.3) и 100 см^3 воды при температуре не ниже 70 °С.

8.3.2. Нагревают колбу на кипящей бане (п. 6.5) в течение 15 мин, периодически встряхивая.

8.3.3. Дают колбе с содержимым остыть до комнатной температуры и добавляют последовательно 2 см^3 реактива I (п. 5.1.1) и 2 см^3 реактива II (п. 5.1.2), тщательно перемешивая после каждого добавления.

8.3.4. Переливают содержимое в мерную колбу вместимостью 200 см^3 (п. 6.3), доливают водой до метки и перемешивают. Содержимое колбы выдерживают в течение 30 мин при комнатной температуре.

8.3.5. Осторожно сливают верхний слой жидкости и фильтруют его через гофрированную фильтровальную бумагу (п. 6.7), получая прозрачный раствор.

8.4. Колориметрическое измерение

8.4.1. Пипеткой переносят часть фильтрата (V, см^3), но не более 25 см^3, в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (п. 6.3) и доливают водой до 60 см^3.

8.4.2. Добавляют 10 см^3 раствора I (п. 5.3.1), затем 6 см^3 раствора III (п. 5.3.3), перемешивают и оставляют на 5 мин в темноте при комнатной температуре.

8.4.3. Добавляют 2 см^3 раствора II (п. 5.3.2), перемешивают и оставляют на 3—10 мин в темноте при комнатной температуре. Затем разбавляют водой до метки.

8.4.4. Измеряют показатель спектрального поглощения раствора на фотоэлектрическом колориметре или спектрофотометре (п. 6.6) при длине волны около 538 нм.

Примечание. Если показатель спектрального поглощения окрашенного раствора, полученного из образца для анализа, превышает соответствующий показатель для эталонного раствора с максимальной концентрацией, повторяют все действия, указанные в п. 8.4, уменьшив количество фильтрата, взятого в п. 8.4.1.

8.5. Количество определений

Проводят два независимых определения на двух отдельных образцах, взятых из одной пробы для анализа.

8.6. Калибровочная кривая

8.6.1. С помощью пипетки наливают в четыре мерные колбы (п. 6.3) вместимостью 100 см^3 10 см^3 воды и 10 см^3 каждого из трех эталонных растворов нитрита натрия (п. 5.2), содержащих 2,5; 5,0 и 10,0 мкг нитрита на 1 см^3.

8.6.2. Вычерчивают калибровочную кривую, нанося на график полученные показатели спектрального поглощения против показателей концентрации эталонных растворов в микрограммах на 1 см^3.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1. Подсчет результатов

Содержание нитрита в пробе, выраженное в миллиграммах нитрита натрия на килограмм, вычисляют по формуле

$$NaNO_2 = C\frac{2000}{m \cdot V},$$

где m — масса образца, г;

V — объем части фильтрата (см. п. 8.4.1), взятой для фотометрического определения, см^3;

C — концентрация нитрита натрия в мкг/см^3, определенная по калибровочной кривой и соответствующая показателю спектрального поглощения раствора, полученного из образца (см. п. 8.4.4).

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, при условии соблюдения требования к воспроизводимости (см. п. 9.2). Результат выражают с точностью до 1 мг на килограмм продукта.

9.2. Воспроизводимость результатов

Разница между результатами двух определений, проводимых одновременно или в близкой последовательности одним и тем же лицом, может составлять не более 10 % от среднего результата.

10. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

В протоколе анализа указывают использованный метод и полученные результаты, все действия, не предусмотренные данным стандартом или рассматриваемые как дополнительные, а также любые обстоятельства, которые могли бы повлиять на результат.

В протокол должны быть также включены все сведения, необходимые для полной идентификации пробы.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским и конструкторским институтом мясной промышленности

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 10.02.92 № 128

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2918—75 «Мясо и мясные продукты. Определение содержания нитрита (арбитражный метод)»

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru