

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования номенклатуры видов защиты

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 1625-89 Формалин технический Технические условия

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

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8504-71 Реактивы. Калий йодноватокислый кислый. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9245-79 Потенциометры постоянного тока измерительные. 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 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20469-95 Электромясорубки бытовые. Технические условия.

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

ГОСТ 26678-85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227 – 91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные Часть 1 Общие требования

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяют в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на связывании аминокрупп и аммиака формальдегидом в нейтральной среде с последующим титрованием щелочью карбоксильных групп, количество которых эквивалентно количеству свободных аминокрупп.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб – по ГОСТ Р 51447, ГОСТ 9792.

4.2 Пробу мяса, мясных, мясосодержащих продуктов измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают.

4.3 Подготовленную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200-400 см³ и закрывают крышкой.

Подготовленную пробу хранят в холодильнике при температуре (4±2) °С не более 24 часов после измельчения.

5 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Потенциометры постоянного тока измерительные по ГОСТ 9245

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,1$ мг.

Холодильник по ГОСТ 26678

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026

Стаканы стеклянные лабораторные Н-2-50 ТХС, Н-2-100 ТХС по ГОСТ 25336

Бюретка 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251

Пипетки 1-2-2, 1-2-10 по ГОСТ 29169

Колба 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770

Воронки В-36-80 ХС, В-56-80 ХС по ГОСТ 25336

Пипетка 1-1-1-1 по ГОСТ 29227

Цилиндр 1-50-1, 2-500-1 по ГОСТ 1770

Мешалка магнитная

Стакан 5 по ГОСТ 9147

Формалин технический по ГОСТ 1625

Спирт этиловый по ГОСТ Р 51652

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрацией $0,1$ моль/дм³

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Стандарт-титры натрия гидроокиси, масса вещества в ампуле $0,1$ г/моль

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации 1 моль/дм³

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации 1 моль/дм³

Калий йодноватокислый кислый по ГОСТ 8504

Индикаторы: фенолфталеин, метиловый оранжевый

Допускается применять другие средства измерений, оборудование и материалы с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивы по качеству не хуже указанных в настоящем стандарте.

6 Подготовка к испытанию

6.1 Приготовление растворов

6.1.1. Приготовление 1%-ного раствора фенолфталеина.

1 г фенолфталеина растворяют в 80 см³ этилового спирта и доводят объем раствора водой до 100 см³

6.1.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³

6.1.2.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия по ГОСТ 25794.1

250 г гидроокиси натрия растворяют в фарфоровом или пластмассовом стакане в 250 см³ воды. После охлаждения раствор переносят в стеклянный цилиндр или полиэтиленовый сосуд, закрывают резиновой или полиэтиленовой пробкой и в течение 2-3 недель выдерживают до полного осаждения углекислого натрия, нерастворимого в растворе гидроокиси натрия указанной концентрации.

В отстоявшемся прозрачном концентрированном растворе устанавливают содержание гидроокиси натрия по плотности (с применением таблиц) или титрованием. При титриметрическом определении 1 см³ раствора, отобранного пипеткой, доводят водой до 40 см³ и титруют раствором серной или соляной кислот концентрации 1 моль/дм³. 1 см³ раствора серной кислоты концентрации точно $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³ или соляной кислоты концентрации точно $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³ соответствует 0,04 г гидроокиси натрия.

Для приготовления 1 дм³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ берут объем концентрированного

раствора, соответствующее 4,0 г гидроокиси натрия.

Затем объем раствора доводят водой до 1 дм³.

[ГОСТ 25794.1-83, п.2.2.2]

6.1.2.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия из стандарт-титра (фиксанала).

Теплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1 дм³ вставляют воронку с вложенным в нее стеклянным бойком, острый конец которого должен быть обращен вверх. Тонкое дно ампулы разбивают ударом об острый конец бойка, пробивают верхнее углубление ампулы и все содержимое осторожным встряхиванием высыпают в колбу. Ампулу промывают дистиллированной водой. Промыв ампулу, ее удаляют, раствор доливают дистиллированной водой до метки, и тщательно перемешивают.

6.1.2.3 Определение поправки к номинальной концентрации раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³

Поправку к номинальной концентрации раствора натрия гидроокиси молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, приготовленного по п. 6.1.2.1, п.6.1.2.2, определяют по ГОСТ 25794.1

1,2 – 1,5 г кислого йодноватистокислого калия растворяют в 100 см³ горячей воды. После охлаждения добавляют 2-3 капли раствора метилового оранжевого (возможно применение других индикаторов) и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода розовой окраски раствора в оранжево-желтую.

[ГОСТ 25794.1-83, п.2.2.3]

6.2 Подготовка пробы

20 г пробы, подготовленной по п.4.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят дистиллированной водой до метки, энергично перемешивают, настаивают 30 мин и фильтруют через бумажный фильтр.

7 Проведение испытаний

7.1 В стакан наливают 10 см³ фильтрата, полученного по п.6.2.1., помещают магнит, электроды потенциометра, включают магнитную мешалку и титруют раствором гидроокиси натрия до pH 7,0. Затем добавляют 10 см³ формалина (pH 4,5 – 5,5) и продолжают титрование до pH 9,0

7.2 Контрольное определение

Контрольное определение проводят параллельно с основным определением. В стакан наливают 10 см³ дистиллированной воды, 10 см³ нейтрализованного формалина (pH 7,0), помещают магнит, электроды потенциометра, включают магнитную мешалку и титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ до pH 9,0.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю amino-аммиачного азота (X) в мг на 100 г вычисляют по формуле:

$$X = \frac{100 \cdot K \cdot (V_1 - V_2) \cdot 1,4 \cdot 100}{20 \cdot 10}, \quad (1)$$

где V₁ – объем раствора гидроокиси натрия, использованный при определении, см³;

V₂ – объем раствора гидроокиси натрия, использованный при контрольном определении, см³;

1,4 – количество аминного азота, эквивалентное 1 см³ раствора 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия, мг;

K – коэффициент поправки к номинальной концентрации раствора гидроокиси натрия;

100 – объем раствора приготовленного из навески, см³,

100 – коэффициент пересчета на 100 г,

20 – масса навески, г

10 – объем фильтрата используемый для титрования, см³

8.2 За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 – результаты двух параллельных измерений, мг/%

r – значение предела повторяемости, мг/%, приведенной в таблице 1

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

9 Метрологические характеристики

9.1 Диапазон измерений амино-аммиачного азота от 25 до 300 (включительно) мг/%

9.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P=0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Значения показателей точности метода и результатов измерений

Измеряемый показатель	Значение измеряемой величины, мг/%	Показатели точности		
		Границы относительной погрешности, $\pm \delta$, %	Предел повторяемости (сходимости), r мг/%	Предел воспроизводимости, R , мг/%
Содержание амино-аммиачного азота мг/%	25-100	10	1,75	3,5
	100 и более	5	2,10	4,2

10 Точность метода

10.1 Межлабораторные испытания

Точность метода была установлена при межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2.

11 Требования безопасности

11.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

11.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

11.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

УДК 637.5.04/.07:006.354

ОКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, аминокислотный азот

Директор ГНУ ВНИИМП им. В.М. Горбатова
Россельхозакадемии

А.Б. Лисицын

Зам.директора по научной работе

А.А. Семенова

Руководитель центра научно-
методических работ и контрольно-
аналитических исследований

Ю.К. Юшина

Зав.лаб. научно-методических
работ и контрольно-аналитических
исследований

Н.Л. Вострикова

Старший научный сотрудник

И.А. Становова

Заведующий отделом стандартизации
и сертификации

О.А. Кузнецова