

---

# НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

## МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

### Определение содержания натрия, калия, магния и марганца методом атомной абсорбции

Meat and meat products

Determination of sodium, potassium, magnesium and manganese by atomic  
absorption

---

Дата введения - \_\_\_\_\_

#### 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, мясные, мясосодержащие продукты и устанавливает определение массовой доли натрия, калия, магния и марганца методом атомной абсорбции.

Диапазон определяемых элементов, находится в пределах:

натрия и калия – от 10 до 5000 мг/кг;

магния и марганца – от 10 до 500 мг/кг.

#### 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51447–99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб.

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53150-2008 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 612-75 Реактивы. Марганец (II) хлористый 4-водный. 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 4209-77 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. 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 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

**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 сравнении поглощения резонансного излучения свободными атомами металлов, образующимися в пламени при введении в него растворов анализируемых продуктов (при полном разрушении органических веществ) и градуировочных растворов с известными концентрациями определяемых металлов.

### **4 Отбор и подготовка проб**

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

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

4.3 Подготовленную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200-400 см<sup>3</sup> и закрывают крышкой.

Подготовленную пробу хранят в холодильнике при температуре (4±2)°С.

Подготовку проб к испытаниям проводят по ГОСТ Р 53150.

## **5 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы**

Атомно-абсорбционный спектрометр, укомплектованный горелкой для воздушно-ацетиленового пламени и лампами с полым катодом для натрия, калия, марганца и магния, с допускаемой относительной погрешностью измерений не более 5 % в диапазоне массовых концентраций.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501

Дозатор пипеточный переменного объема дозирования 0,200 - 1,000 см<sup>3</sup> с относительной погрешностью дозирования  $\pm 1$  %

Колбы 2-50-2, 2-100-2 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-100 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336 с эффективным осушающим агентом.

Баня ультразвуковая мощностью не ниже 500 Вт.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов натрия, калия, магния и марганца с относительной погрешностью не более 1 % ( $P = 0,95$ )

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Калий виннокислый кислый с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %.

Магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209, х.ч.

Марганец (II) хлористый 4-водный по ГОСТ 612, ч.д.а.

Цезий хлористый, х.ч.

Лантан хлористый 7-водный, х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

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 проведению испытаний**

### **6.1 Подготовка посуды и реактивов**

Стеклянную посуду непосредственно перед использованием несколько раз ополаскивают дистиллированной водой или водой для лабораторного анализа.

Натрий хлористый, калий виннокислый кислый, марганец хлористый и магний хлористый перед использованием для приготовления исходных растворов высушивают в эксикаторе в течение 3 - 4 сут.

Для приготовления растворов пробы продукта, градуировочных и других растворов, используемых при проведении испытаний, применяют посуду для лабораторного анализа из одной и той же партии.

### **6.2 Приготовление растворов**

#### **6.2.1 Приготовление исходных растворов**

Основными исходными растворами ионов натрия, калия, магния и марганца являются ГСО состава водных растворов ионов натрия, калия, магния и марганца с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 г/дм<sup>3</sup>. Данные ГСО используют для приготовления градуировочных стандартов при построении градуировочной кривой.

При отсутствии ГСО растворов ионов натрия, калия, магния и марганца градуировочные растворы готовят по п.6.2.2.

6.2.2 Для приготовления исходных растворов ионов натрия, калия и марганца, массовой концентрации 1,00 г/дм<sup>3</sup>, навески хлористого натрия массой 2,542 г, виннокислого кислого калия массой 4,813 г и хлористого

марганца массой 3,602 г, растворяют в стаканах в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерные колбы вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем содержимого дистиллированной водой до отметки.

Для приготовления исходного раствора иона магния массовой концентрации 1,00 г/дм<sup>3</sup>, навеску хлористого магния массой 8,365 г растворяют в стакане в небольшом количестве раствора соляной кислоты массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем содержимого дистиллированной водой до отметки.

Для приготовления исходного раствора хлористого цезия массовой концентрации 40 г/дм<sup>3</sup> навеску хлористого цезия массой 4,00 г растворяют в стакане в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем содержимого дистиллированной водой до метки.

Для приготовления исходного раствора хлористого лантана массовой концентрации 50,0 г/дм<sup>3</sup> навеску хлористого лантана массой 13,40 г растворяют в стакане в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем содержимого дистиллированной водой до метки.

Для приготовления раствора азотной кислоты молярной концентрации 1,0 моль/дм<sup>3</sup>, в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> вносят 400-500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, затем добавляют 167 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок годности исходного раствора иона калия три недели, остальных растворов - 3 мес при хранении при комнатной температуре.

#### 6.2.2 Приготовление фоновых растворов для обнуления (установления нулевого значения абсорбции)

При определении калия и натрия для установления нулевого значения абсорбции используют раствор хлористого цезия массовой концентрации 4,0 г/дм<sup>3</sup>, который готовят точным разведением исходного раствора в 10 раз. При

определении магния для установления нулевого значения абсорбции используют раствор лантана массовой концентрации  $5,0 \text{ г/дм}^3$ , который готовят точным разведением исходного раствора в 10 раз.

При определении марганца для установления нулевого значения абсорбции используют раствор азотной кислоты молярной концентрации  $1,0 \text{ моль/дм}^3$ .

Срок годности растворов 3 мес при хранении при комнатной температуре.

### 6.2.3 Приготовление градуировочных растворов

Для каждого определяемого элемента готовят 3-5 градуировочных растворов точным разведением исходных растворов, при этом массовые концентрации градуировочных растворов должны находиться в диапазоне линейной зависимости абсорбции от концентрации элемента для данного спектрометра. Для дозирования аликвот (небольших количеств) исходных растворов объемом менее  $1 \text{ см}^3$  используют пипеточный дозатор. В градуировочные растворы ионов натрия и калия вносят исходный раствор хлористого цезия в таком количестве, чтобы массовая концентрация хлористого цезия в растворах составляла  $4,0 \text{ г/дм}^3$ , в градуировочные растворы магния вносят исходный раствор хлористого лантана в таком количестве, чтобы массовая концентрация лантана в растворах составляла  $5,0 \text{ г/дм}^3$ , а градуировочные растворы иона марганца готовят непосредственно в растворе азотной кислоты молярной концентрации  $1,0 \text{ моль/дм}^3$ .

Срок годности градуировочного раствора иона калия - три недели, остальных растворов – 1,5 мес при хранении при комнатной температуре.

### 6.3 Подготовка пробы к испытанию

Сосуд с раствором пробы, полученным методом минерализации под давлением в соответствии с ГОСТ Р 53150, выдерживают в открытом состоянии не менее 12 ч. Для предотвращения контаминации сосуд прикрывают бумагой. Далее минерализат дегазируют на ультразвуковой бане

в течение 5 мин. Дегазированный минерализат разбавляют водой до желаемого объема (в зависимости от предполагаемого количества элемента в пробе), соблюдая условие: в минерализате, разбавленном до объема 20 см<sup>3</sup>, должно содержаться не более 4 см<sup>3</sup> азотной кислоты, исходя из ее объема, добавленного к навеске пробы перед минерализацией. Полученный раствор снова дегазируют на ультразвуковой бане, с целью уменьшения влияния окислов азота на результат (итоговый цвет пробы должен быть от прозрачного до светло-желтого). Пробу продукта или ее минерализованный раствор разводят таким образом, чтобы ожидаемая концентрация элемента в растворе находилась в области градуировочного графика.

## **7 Порядок проведения испытаний**

Градуировочные растворы и растворы пробы анализируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

Для измерений используют только растворы, подготовленные по 6.2

Компенсируют фоновый сигнал прибора по фоновым растворам, приготовленным по 6.2.2. Для градуировки прибора проводят двукратные измерения абсорбции градуировочных растворов различных концентраций.

Измеряют абсорбцию раствора пробы. Если ее значение выходит за границы градуировки прибора, раствор пробы разбавляют фоновым раствором и проводят повторное измерение. При серийных измерениях большого числа образцов периодически проверяют стабильность фоновой абсорбции. Например, измеряют через каждые 20 определений средний стандарт градуировочной кривой.

Помимо этого проводят холостой опыт, включающий все стадии с использованием реактивов, применявшихся в данной серии испытаний.

Спектрометрический анализ градуировочных растворов проводят перед каждой серией испытаний.



## 8 Обработка и оформление результатов

8.1 Для каждого из определяемых элементов строят градуировочный график зависимости величины абсорбции от массовой концентрации элемента в градуировочных растворах.

По градуировочному графику находят значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе пробы, соответствующее измеренной абсорбции раствора пробы.

8.2 Массовую долю определяемого элемента в пробе  $x$ , мг/кг, рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{(a_1 - a_0) \cdot V \cdot K \cdot 1000}{m} \quad (1)$$

где  $a_1$  - массовая концентрация элемента в измеряемом растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$a_0$  - массовая концентрация элемента в холостой пробе, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  - объем, до которого доведен минерализат перед проведением испытанием, дм<sup>3</sup>;

$K$  - коэффициент разбавления, учитывающий разбавление в случае высокой концентрации элемента в измеряемом растворе;

$m$  - масса навески пробы, г;

1000 - коэффициент пересчета на кг.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

## 9 Метрологические характеристики

Расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы, с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, не должно

превышать норматива оперативного контроля сходимости  $r$ , значения которого приведены в таблице 1.

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

где  $x_1$  и  $x_2$  – результаты двух параллельных измерений, мг/кг

$r$  – норматив оперативного контроля сходимости, мг/кг

Расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости, значения которого приведены в таблице 1.

$$|X^1 - X^2| \leq R, \quad (3)$$

где  $X^1$  и  $X^2$  – результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг

$R$  – норматив оперативного контроля воспроизводимости.

Пределы относительной погрешности определения ( $\delta$ ) массовой доли при соблюдении условий, регламентированных настоящим стандартом, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Элемент	Показатели точности		
	Границы относительной погрешности, $\pm \delta$ , %	Норматив оперативного контроля сходимости (предел повторяемости), $r$ , мг/кг	Норматив оперативного контроля воспроизводимости (предел воспроизводимости), $R$ , мг/кг
Натрий	5	$0,15 x_{cp}$	$0,3 X_{cp}$
Калий	5	$0,15 x_{cp}$	$0,3 X_{cp}$
Магний	10	$0,2 x_{cp}$	$0,3 X_{cp}$
Марганец	15	$0,3 x_{cp}$	$0,45 X_{cp}$
$x_{cp}$ – среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, (мг/кг); $X_{cp}$ – среднее арифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, (мг/кг).			

## **10 Контроль точности результатов измерений**

### **10.1 Межлабораторные испытания**

Точность метода была установлена при межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002.

## **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, атомная абсорбция, натрий, калий, магний, марганец, градуировочные растворы, спектрометр

---

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

Младший научный  
сотрудник

А.С. Николаева

Заведующий отделом стандартизации  
и сертификации

О.А. Кузнецова