ГОСТ 9794—74

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО ФОСФОРА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

ГОСТ 9794-74 Продукты мясные. Методы определения содержания общего фосфора

УДК 637.525:546.18.06:006.354 Группа Н19

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения содержания общего фосфора

ГОСТ 9794—74

Meat products. Methods for the determination of total phosphorus contents

МКС 67.120.10

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на мясные и мясосодержащие продукты (колбасные изделия, продукты из мяса, полуфабрикаты, кулинарные изделия, консервы) и устанавливает гравиметрический и фотометрический методы определения содержания общего фосфора.

Гравиметрический метод соответствует международному стандарту ИСО 2294—74.

(Поправка).

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор проб проводят по ГОСТ 8756.0, ГОСТ 9792, ГОСТ 4288*, ГОСТ 26671**.

(Поправка).

1.2. Пробы продуктов освобождают от оболочки, два раза измельчают на бытовой или электрической мясорубке и тщательно перемешивают.

1.3. Подготовленную для испытания пробу по п. 1.2 помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200—400 см^3, заполнив ее полностью, и закрывают крышкой.

Пробу хранят при температуре (4 ± 2) °С до окончания испытаний.

Испытания проводят не позднее 24 ч после отбора проб.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

При разногласиях по результатам испытаний содержание общего фосфора определяют гравиметрическим методом.

2.1. Сущность метода

Метод основан на минерализации пробы азотной и серной кислотами, осаждении фосфора в виде фосфомолибдата хинолина и определении массы осадка.

2.2. Аппаратура, реактивы и материалы:

мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 с диаметром отверстий решетки от 3 до 4 мм или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469;

весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104***;

электроплитка по ГОСТ 14919;

колбонагреватель;

горелка газовая;

сетка асбестовая с круглым отверстием посередине;

шкаф сушильный электрический с терморегулятором;

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52675—2006 в части раздела «Правила приемки».

** На территории Российской Федерации дополнительно действует ГОСТ Р 51447—99 (ИСО 3100-1—91).

*** С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1974
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

насос стеклянный водоструйный лабораторный по ГОСТ 23932 или пластмассовый;
колба для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 23932;
фильтр стеклянный № 3 или 4 по ГОСТ 23932;
колбы Кьельдаля вместимостью 150 или 250 см^3 по ГОСТ 23932;
колба мерная вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770;
стакан химический вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336;
промывалка;
цилиндры вместимостью 50, 100, 250 и 500 см^3 по ГОСТ 1770;
палочка стеклянная;
эксикатор по ГОСТ 23932;
пипетка Пастера;
бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
кальций хлористый безводный по ГОСТ 4568;
кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,4 г/см^3;
кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
хинолин;
натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931;
кислота лимонная по ГОСТ 3652;
ацетон по ГОСТ 2603.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Приготовление осаждающего реактива

Раствор I. 70 г молибденовокислого натрия растворяют в 150 см^3 дистиллированной воды.

Раствор II. 60 г лимонной кислоты растворяют в 150 см^3 дистиллированной воды и добавляют 85 см^3 азотной кислоты.

К раствору I постепенно добавляют раствор II при непрерывном помешивании стеклянной палочкой.

Раствор III. К 100 см^3 дистиллированной воды добавляют 35 см^3 азотной кислоты и 5 см^3 хинолина.

Раствор III постепенно добавляют к смеси растворов I и II при непрерывном перемешивании и выдерживают 24 ч при комнатной температуре. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 280 см^3 ацетона и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Реактив хранят в плотно закрытой пластмассовой бутылке в темном месте при комнатной температуре не более трех месяцев.

2.4. Проведение испытания

2.4.1. 3 г измельченной пробы взвешивают на лабораторных весах с погрешностью не более 0,001 г и переносят в колбу Кьельдаля. В колбу наливают 20 см^3 азотной кислоты, устанавливают ее в наклонное положение под углом 40° и нагревают в течение 5 мин на электрической плитке (колбонагревателе или газовой горелке).

Затем охлаждают, добавляют 5 см^3 серной кислоты и снова нагревают. В процессе минерализации при потемнении раствора периодически добавляют азотную кислоту пипеткой Пастера. Нагревание продолжают до обесцвечивания раствора и появления белых паров.

После этого колбу охлаждают, добавляют 15 см^3 дистиллированной воды и нагревают в течение 10 мин.

Содержимое колбы охлаждают, количественно переносят в химический стакан вместимостью 250 см^3, смывая стенки колбы дистиллированной водой, и добавляют 10 см^3 азотной кислоты. Объем раствора доводят дистиллированной водой до 100 см^3, пользуясь меткой, предварительно нанесенной на наружной стороне стакана.

2.4.2. К содержимому стакана приливают 50 см^3 осаждающего реактива, стакан закрывают часовым стеклом и кипятят в течение 1 мин на электрической плитке. Затем охлаждают до комнатной температуры при периодическом перемешивании стеклянной палочкой.

Содержимое стакана с образовавшимся желтым осадком фильтруют с помощью водоструйного насоса через стеклянный фильтр.

Стеклянный фильтр предварительно высушивают при температуре (200 ± 5) °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

Остатки осадка смывают со стенок стакана дистиллированной водой из промывалки и переносят на фильтр. Желтый осадок на фильтре промывают пятью порциями дистиллированной воды по 25 см^3.

Стеклянный фильтр с осадком высушивают в сушильном шкафу при температуре (200 ± 5) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.5. Обработка результатов

Содержание общего фосфора (X) в мг на 100 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}0146 \cdot m_1 \cdot 100}{m_0},$$

где m_0 — масса испытуемой пробы, г;

m_1 — масса осадка фосфомолибдата хинолина, мг;

0,0146 — коэффициент для вычисления фосфора в осадке.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 10 мг фосфора на 100 г продукта.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции фосфора с молибденовокислым аммонием в присутствии гидрохинона и сульфита натрия с образованием окрашенного соединения, интенсивность окраски которого измеряют фотометрически.

3.2. Аппаратура, реактивы, материалы:

мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 с диаметром отверстий от 3 до 4 мм или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469;

весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104;

колба коническая вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336;

электроплитка по ГОСТ 14919;

колбонагреватель;

горелка газовая;

сетка асбестовая с круглым отверстием посередине;

колбы Кьельдаля вместимостью 150 или 250 см^3 по ГОСТ 23932;

стакан химический вместимостью 250 и 500 см^3 по ГОСТ 25336;

спектрофотометр СФ-44;

фотоэлектроколориметр марки ФЭК-М, ФЭК-56 или ФЭК-57;

колбы мерные вместимостью 100 и 250 см^3 по ГОСТ 1770;

цилиндры вместимостью 50, 100, 250 и 500 см^3 по ГОСТ 1770;

пипетки вместимостью 2, 5 и 10 см^3 по ГОСТ 29169;

бюретка вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29251;

капельница лабораторная стеклянная по ГОСТ 23932;

кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см^3;

перекись водорода по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

гидрохинон по ГОСТ 19627 свежеприготовленный 1 %-ный раствор, подкисленный каплей серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;

натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765;

фенолфталеин по ТУ 6—09—5360—87, 1 %-ный спиртовой раствор;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 1 н. раствор;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, предварительно высушенный в эксикаторе;

хлороформ технический по ГОСТ 20015.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. Приготовление раствора карбонатсульфита

Раствор I. 40 г углекислого безводного натрия растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды.

Раствор II. 7,5 г сернистокислого натрия растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды.

К раствору II постепенно добавляют раствор I, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр. Приготовленный раствор карбонатсульфита хранят в склянке из темного стекла не более одного месяца при комнатной температуре.

3.3.2. Приготовление раствора молибденовокислого аммония

Раствор I. 25 г молибденовокислого аммония растворяют в 300 см^3 дистиллированной воды.

Раствор II. 75 см^3 серной кислоты растворяют в 125 см^3 дистиллированной воды.

Раствор II постепенно добавляют к раствору I и перемешивают.

Реактив хранят в плотно закрытой пластмассовой бутылке или в склянке из темного стекла при комнатной температуре в течение одного месяца.

3.3.3. Приготовление стандартного раствора фосфата

4,394 г фосфорнокислого однозамещенного калия вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде, объем доводят до метки дистиллированной водой, приливают пять капель хлороформа и перемешивают.

10 см^3 приготовленного раствора пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Этот раствор является стандартным и содержит 0,02 мг фосфора в 1 см^3.

3.3.4. Проведение цветной реакции

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 вносят следующие количества стандартного раствора в мл: 1; 2; 3; 4; 5; 6, что соответствует содержанию фосфора в колбах: 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10 и 0,12 мг.

Одновременно готовят контрольную колбу вместимостью 100 см^3, в которую вносят вместо стандартного раствора фосфата 3 см^3 дистиллированной воды.

Во все колбы добавляют по 2 см^3 раствора молибденовокислого аммония и по 2 см^3 раствора гидрохинона. Через 10 мин добавляют по каплям пипеткой 10 см^3 раствора карбонатсульфита. Содержимое каждой колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Через 15 мин измеряют интенсивность синей окраски растворов на спектрофотометре при длине волны 630 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см в отношении дистиллированной воды.

Из полученной величины оптической плотности стандартных растворов вычитают величину оптической плотности контрольного раствора.

3.3.5. Построение градуировочного графика

По полученным средним данным из трех стандартных растворов строят на миллиметровой бумаге размером 20 × 20 см градуировочный график.

На оси абсцисс откладывают концентрацию фосфора (мг в 100 см^3 окрашенного раствора); на оси ординат — соответствующую оптическую плотность.

Градуировочный график должен проходить через начало координат. Пример градуировочного графика дан в приложении.

3.4. Проведение испытания

3.4.1. 3 г измельченной пробы взвешивают на лабораторных весах с погрешностью не более 0,001 г и переносят в колбу Кьельдаля. В колбу наливают 15 см^3 серной кислоты, устанавливают ее в наклонное положение под углом 40° и нагревают в течение 5 мин на электрической плитке (колбонагревателе или газовой горелке). Колбу охлаждают, добавляют 10 см^3 перекиси водорода и снова нагревают. Если раствор темнеет, добавляют еще 5—10 см^3 перекиси водорода и снова нагревают. Нагревают и добавляют перекись водорода до тех пор, пока раствор в колбе после кипячения в течение 15 мин не будет светлым и прозрачным.

После остывания горло колбы смывают дистиллированной водой из промывалки и нагревают содержимое до кипения.

Минерализацию пробы считают законченной, если бесцветная прозрачная жидкость не темнеет при охлаждении.

Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Затем 4 см^3 минерализата из колбы вместимостью 250 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют для нейтрализации свободной серной кислоты 1 н. раствор едкого натра. Необходимое количество раствора едкого натра

устанавливают предварительным титрованием отдельной пробы минерализата. Для этого 4 см^3 минерализата помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 и титруют из бюретки 1 н. раствором едкого натра в присутствии трех капель фенолфталеина. После чего в мерную колбу вместимостью 100 см^3 добавляют 2 см^3 раствора молибденовокислого аммония и 2 см^3 раствора гидрохинона. Через 10 мин вносят по каплям из пипетки 10 см^3 раствора карбонатсульфита. Объем содержимого колбы доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют интенсивность развившейся синей окраски на спектрофотометре при длине волны 630 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Содержание фосфора вычисляют с помощью градуировочного графика.

3.5. Обработка результатов

Содержание общего фосфата (X_1) в мг на 100 г продукта вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 4},$$

где C — количество фосфора, содержащегося в 100 мл окрашенного раствора, найденное по градуировочному графику, мг;

m — масса испытуемой пробы, г;

4 — количество минерализата, взятое для цветной реакции, мл;

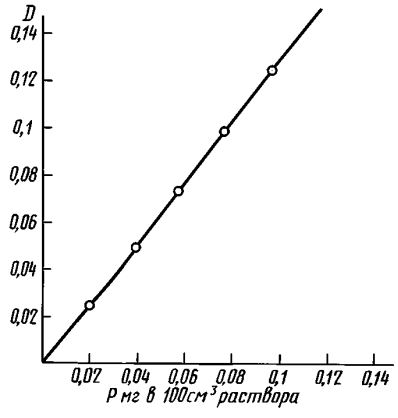
250 — общий объем минерализата, см^3.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 10 мг фосфора на 100 г продукта.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Пример градуировочного графика для определения содержания общего фосфора с помощью фотоэлектроколориметра марки ФЭК-56 с красным светофильтром № 9



ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.12.74 № 2849

2. ВЗАМЕН ГОСТ 9794—61

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	3.2	ГОСТ 9792—73	1.1
ГОСТ 195—77	3.2	ГОСТ 10929—76	3.2
ГОСТ 1770—74	2.2; 3.2	ГОСТ 10931—74	2.2
ГОСТ 2603—79	2.2	ГОСТ 12026—76	2.2
ГОСТ 3652—69	2.2	ГОСТ 14919—83	2.2; 3.2
ГОСТ 3765—78	3.2	ГОСТ 19627—74	3.2
ГОСТ 4025—95	2.2; 3.2	ГОСТ 20015—88	3.2
ГОСТ 4198—75	3.2	ГОСТ 20469—95	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2	ГОСТ 23932—90	2.2; 3.2
ГОСТ 4288—76	1.1	ГОСТ 24104—88	2.2; 3.2
ГОСТ 4328—77	3.2	ГОСТ 25336—82	2.2; 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 26671—85	1.1
ГОСТ 4568—95	2.2	ГОСТ 29169—91	3.2
ГОСТ 5962—67	3.2	ГОСТ 29251—91	3.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 3.2	ТУ 6—09—5360—87	3.2
ГОСТ 8756.0—70	1.1		

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

5. ИЗДАНИЕ (январь 2010 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1980 г. (ИУС 9—80), Поправкой (ИУС 5—2009)