



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

**Ет және ет өнімдері
ЖАЛПЫ ФОСФОРДЫҢ САЛМАҚТЫҚ ҮЛЕСІН АНЫҚТАУДЫҢ
СПЕКТРОФОТОМЕТРЛІК ӘДІСІ**

**Мясо и мясные продукты
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА**

ҚР СТ 1486-2005

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Ет және ет өнімдері

**ЖАЛПЫ ФОСФОРДЫҢ САЛМАҚТЫҚ ҮЛЕСІН АНЫҚТАУДЫҢ
СПЕКТРОФОТОМЕТРЛІК ӘДІСІ**

КР СТ 1486-2005

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана

Алғысөз

1 ҚР Ауыл шаруашылық министрлігі «Қайта өндеу және тамақ өнеркәсібінің ғылыми өндірістік орталығы» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Тамақ өнеркәсібі» стандарттара жөніндегі ТК 31 техникалық комитет **ӘЗІРЛЕП ЕҢГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2005 жылғы 28 желтоқсандағы № 498 бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗЛДІ**

3 Осы стандарт ГОСТ 51447-99 (ИСО 3100-1-91) «Ет және ет өнімдері. Сынамаларды ірікеу әдісі», ИСО 936-98 «Ет және ет өнімдері. Күлді анықтау» қолдану арқылы үйлестірілді.

4 Осы стандартта Қазақстан Республикасының «техникалық реттеу туралы», «Тұтынушылар күкіктарын қорғау туралы», «Қазақстан Республикасындағы тілдер туралы», «халықтың санитарлық-эпидемиологиялық салауаттылығы туралы» «тамақ өнімдерінің сапасы мен қауіпсіздігі туралы» заңдарының нормалары іске асырылған.

**5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

**2010 жыл
5 жыл**

6 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология жөніндегі комитетінің рұқсатынсыз ресми базының ретінде Қазақстан Республикасы аумағында толықтай немесе бөлшектеліп базының шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

**Ет және ет өнімдері
ЖАЛПЫ ФОСФОРДЫҢ САЛМАҚТЫҚ ҰЛЕСІН АНЫҚТАУДЫҢ
СПЕКТРОФОТОМЕТРЛІК ӘДІСІ**

Енгізілген күні 2007-01-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт ет және ет өнімдеріне (бұдан әрі-ет) таратылады және жалпы фосфордың салмақтық ұлесін анықтаудың спектрофотометрлік әдісін белгілейді.

Осы стандартта берілген өлшеу дәлдігінің сипаттамалары тек қана шүжық өнімдеріне таратылады.

Осы стандартта берілген әдістеме ғылыми-зерттеулерде еттегі жалпы фосфорды анықтауға қолданыла алады.

Осы стандартта берілген Ресей Федерациясының стандарттары ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылды:

ҚР СТ 1.9-2003 Қазақстан Республикасының мемлекеттік стандарттау жүйесі. Стандарттау, метрология, сертификаттау және аккредиттеу жөніндегі халықаралық, өнірлік және ұлттық нормативтік құжаттардың колданылу тәртібі.

ГОСТ Р 51447-99 (ИСО 3100-1-91) Ет және ет өнімдері. Сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ Р 51482-99 (ИСО 13760-96) Ет және ет өнімдері. Жалпы фосфордың салмақтық ұлесін анықтаудың спектрометрлік әдісі.

3 Анықтамалар

Осы стандартта ГОСТ Р 51482 бойынша термин колданылады:

Ет және ет өнімдеріндегі жалпы фосфордың салмақтық ұлесі: Осы стандартта көрсетілген әдіске сәйкес анықталып және пайыздығы (%) фосфор пентаоксидінің (бестотығы) салмақтық ұлесі ретінде берілген фосфордың салмақтық ұлесі.

4 Әдістің мәні

Әдіс өлшендіні минералдауға, фосфордың аммоний моновадаты мен аммоний гептамолибдатымен өзара әрекеттінен сары түсті қоспаның қалыптасуы және оптикалық тұғыздығы 430 нм толқын ұзындығында болатын фотометрикалық өлшем реакциясына негізделген.

5 Реактивтер

Барлық раективтер аналитикалық сапада болуы қажет (х.т. тәмен емес). Колданылатын су дистилденген, деминералданған немесе баламалы таза болуы керек.

Ресми басылым

КР СТ 1486-2005

5.1 1:2 араластырылған азот қышқылы (көлемі бойынша).

Азот қышқылының бір бөлігінің (65%; тығыздығы $p_{20} = 1,40 \text{ г/см}^3$) судың екі бөлігімен араластырады.

5.2 Аммоний монованадаты (NH_4VO_3) (меттің аммоний ванади қышқылы), $2,5 \text{ г/дм}^3$ ерітінді. $2,5$ аммоний монованадаты 500 см^3 қайнаған сумен ерітеді. Алынған ерітіндін салқындағаты және сиымдылығы 1000 см^3 өлшемді құтыға сандық түрде салады. Устінене 20 см^3 азот қышқылының қосады және көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді де араластырады.

5.3 Аммоний гептамолибаты $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\text{xH}_2\text{O}]$ (4-сулы, молибден қышқылды аммоний), 50 г/дм^3 ерітінді.

50г аммоний гептамолибат тетрагидратын 800 см^3 жылды сумен ерітеді (температурасы шамамен 50°C). Ерітіндін салқындағаты және сиымдылығы 1000 см^3 өлшемді құтыға сандық түрде салады. Көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді де араластырады.

5.4 Бояушы реактив

Ерітілген азот қышқылының бір көлемін аммоний монованадатының бір көлемімен араластырады, содан соң устінен аммоний гептамолибат ерітіндісінің бір көлемін қосады да араластырады. Осыған байланысты боялатын реактивтің түсі ашық сары түстен, түссізге дейін өзгеруі қажет.

5.5 Фосфат, салмақтық шоғырының негізгі ерітіндісі $-(\text{P}) 218 \text{ мг/дм}^3$; $(\text{P}_2\text{O}_5) 500 \text{ мг/дм}^3$.

$(103+2)^\circ\text{C}$ температурада алдын ала 3 күн кептірілген эәне ылғалсорғышта салқындағатылған $958,8 \text{ мг}$ калий дегидроортофосфатын (KH_2PO_4) суда ерітеді.

Сиымдылығы 1000 см^3 өлшемді құтыға сандық түрде салады да белгіге дейін сумен жеткізеді және араластырады.

5.6 0,05-тен $0,30 \text{ мг/см}^3$ -тан тұратын фосфат, стандартты ерітінділер (градуирленген).

Сиымдылығы 100см^3 өлшемді құтыға $10, 20, 30, 40, 50$ және 60 см^3 негізгі фосфат ерітіндісін тұтікшемен немесе өлшеу табақшалармен құяды. Эр құтыға 10 см^3 азот қышқылынан қосады. Көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді де араластырады.

Алынған градустелген ерітінділер құрамында сәйкесінше $0,05; 0,10, 0,15; 0,20; 0,25$ және $0,30 \text{ мг/см}^3 \text{ P}_2\text{O}_5$ болады.

5.7 Бақылау ерітіндісі

Сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға тұтікшемен 2 см^3 азот қышқылын және 30 см^3 бояу реактивін құяды. Көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді де араластырады.

6 Аппаратура және өлшеу құралдары.

Кәдімгі зертханалық жабдықтар қолданылады және сондай-ак:

Гомогендеуші немесе санылау диаметрі $4 \text{ мм}-\text{ден}$ аспайтын торлы электр және механикалық ет тұрағыш;

100°C денгейінде температураны қамтамасыз ететін сулы монша;

құрамында фосфаттар болмайтын, диаметрі 15 см қатпарлы сұзгі қағаз;

өлшеуді (430 ± 2) нм толқын ұзындығында қамтамасыз ететін спектрофотометр немесе сінудің жоғарғы шегі (430 ± 2) нм толқын ұзындығында болатын жарық сұзгілі фотоэлектрлік колориметр;

калындылығы 10 мм болатын шыны астаушалар;

$\pm 0,001 \text{ г}$ ауытқулар рұқсат етілген аналитикалық таразылар;

сиымдылығы 100 см^3 және 1000 см^3 -тен тұратын бір белгідегі өлшеу құтылары;

сиымдылығы $10, 20 \text{ см}^3 \pm 0,2\%$ кінаратты рұқсат етілетін өлшеу тұтікшелері;

сиымдылығы $50 \text{ см}^3 \pm 0,2\%$ кінаратты рұқсат етілген өлшеу табақшалары;

муфельдік пеш.

Е с к е р т п е: Барлық шыны ыдыстарды құрамында фосфаты жоқ жуғыш сабындармен жақсылап жуады, содан соң дистилденген сумен шаяды.

7 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу ГОСТ 51447 бойынша.

Сынамалар талғамды, сондай-ақ тасымалдау және сактау кезінде тағамның сапасы бұзылмаган және өзгермеген болуы керек.

Талғамды сынамалардан салмагы 200г-нан кем емес сынамаларды таңдайды.

Сынамаларды химиялық құрамының өзгеріп бүлінбеуін болдырмайтындей етіп сактау керек.

8 Сынамаларды дайындау

8.1 Сынамаларды екі рет ет турағыштан өткізіп, ұсақтайтын және әбден арапастырады. Бұл жағдайда үлгілердің температурасы 25°C-тан аспауы керек.

8.2 Ұсақталған сынамаларды 24 сағаттан артық емес, тағам құрамының бүлінбеуін және өзгермеуін жібермей, ауа кірмейтін, тұмшаланған жабық ыдыстарда сактайтын.

9 Сынақ жүргізу әдістемесі

9.1 Дайындалған сынамалардың 5г-дейін үшінші ондық белгіге дейінгі дәлдікпен өлшейді.

9.2 Өлшендінің минералдануын [3] сәйкес муфельді пеште жүргізеді.

9.3 Алынған құлді 10 см³ азот қышқылында, шыны таяқшамен арапастырып ерітеді.

9.4 От бакырашты сағат шынысымен жабады және 30 минут бойы қайнаған сулы моншада қыздырады, салқындатады және сиымдылығы 100 см³ өлшемді құтыға сұйықты аударады. Көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді, арапастырады және алғашқы 5-10 см³ сүзілетін затты лактырып тастап, қағаз сүзгі арқылы сузеді.

9.5 Сиымдылығы 100 см³ өлшемді құтыға түтікшемен 20 см³ боялатын реактивті қосады. Құтының ішіндегіні су белгісіне дейін жеткізеді, арапастырады және 15 минуттан кем емес ұстайды.

9.6 Спектрометр немесе жарық сүзгішті фотоэлектрлік колориметрді пайдаланып, бакылау ерітіндісін салыстырмалы түрде шыны табакшада толқынның ұзындығы (430±2) нм болғанда ерітіндінің оптикалық тығыздығын өлшейді.

9.7 9.1-мен сәйкес тұрғызылған, градуирлі график бойынша үлгі ерітіндісіндегі фосфор концентратын табады.

9.8 Градуирленген график

9.8.1 Сиымдылығы 100 см³ өлшемді құтыларға түтікшемен 20 см³-ден әрбір градуирленген (стандартты) фосфор ерітіндісін құяды.

Осы ерітіндіге 30 см³-ден боялатын реактивті қосады. Сәйкес 10, 20, 40, 50 және 60 мкг/см³ P₂O₅ концентрациясын алу үшін белгіге дейін көлемін сумен жеткізеді. Құты ішіндегін арапастырады және 15 минуттан кем емес ұстайды.

9.8.2 Оптикалық тығыздығын 9.6-мен сәйкес өлшейді.

9.8.3 Бөлінген нүктелер арқылы тіке сыйыктар және координаттық басын жүргізіп, ерітілген стандартты фосфат ерітіндісінің концентрациясына сәйкес қарсы өлшенген оптикалық тығыздықтың мәнін кейінге калдырып, градуирлік график тұрғызады.

Талдаудың әрбір бөлімі үшін жана градуирленген график құрады.

9.9 9.1-9.3-ке сәйкес бірдей жағдайда екі бірдей анықтаулар жүргізеді.

10 Нәтижелерді өндөу

Фосфор пентаоксидінің (фосфордың бес оксиді) салмақтық үлесі түрінде байқалған жалпы фосфордың салмақтық үлесін X, %, төмөндегі формула бойынша есептейді:

$$X = \frac{c}{20m}; (1)$$

мұнда, c-градустелген график бойынша табылған, фосфордың бес оксидінің концентрациясы, мкг/см³;

m - өлшемдінің салмағы, г.

Есептеуді үшінші ондық белгіге дейін жүргізеді.

11 Әдіс дәлдігін бақылау

Әдіс дәлдігі [1], [2] сәйкес тек шұжық өнімдері үшін зертханааралық сынақтармен белгіленген.

11.1 Сол әдісті колданғанда, сол бір үлгіде, бір зертханада, сол оператормен сол жабдықтарды пайдаланып алынған, аз уақыт ішінде орындалған, екі жақты анықтауыш аралық нәтижесінің салыстырмалы ұқсастығы 0,007% аспауы керек.

Соңғы нәтиже үшін егер екінші ондық белгіге дейін дәнгелектеп, ұқсастық жағдайы қанағаттандыrsa, екі жақты анықтауыштың арифметикалық орташа мәні қабылданады.

11.2 Қайталанғыштық

Сол бір тәсілді қолданғанда, сол үлгіде әр түрлі зертханаларда, әр түрлі оператормен, әр түрлі жабдықтарды пайдаланып алынған екі тәуелсіз анықтауыш нәтижесі аралығындағы салыстырмалылық 0,017%-тен аспауы керек.

12 Сынақ нәтижелерін рәсімдеу

Сынақ хаттамасында мынадай ақпараттарды көрсетеді:

- үлгілер алғандағы сәйкес әдіске сілтеме;
- колданылатын әдіске сілтеме;
- алынған нәтижелер;
- ұқсасты.

Нәтижеге әсер берген осы стандартпен қарастырылмаған немесе міндетті емес деп есептейтін сынақ хаттамасында сынақты жүргізу degi барлық нақтылықтар көрсетілуі керек.

Сынақ хаттамасында үлгі түрін толығымен сәйкестендіру үшін қажетті барлық ақпараттар қамтылуы керек.

Ақосымшасы
(анықтамалық)

Библиография

[1] Неміс Гастрономия Индустріясының федералдық одағы. Гастрономия индустриясына арналған зерттеулер әдісі. Бонн, германия, 1978

[2] Етте және ет өнімдеріндегі жалпы фосфорды анықтау. 35 LMGB кейін қолданыстағы зерттеулердің жалпы жинағы, 06.00-9 әдісі, «Beuth» баспасы, Берлин, 1992ж., желтоқсан

[3] ИСО 936-98 Ет және ет өнімдері. Күлді анықтау.

ӘОЖ 637.5:543.06:006.354 МСЖ 67.120.10 Н19 ЭӘТЭЖ 9209, 9210

Түйінді сөздер: ауыл шаруашылық өнімдері, жануар тектес өнімдер, тамак өнімдері, ет, құс еті, ет өнімдері, химиялық талдаулар, фосфордың мәлшерін анықтау, спектрофотометрлік әдістер, спектрометрлік талдаулар



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Мясо и мясные продукты

**СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА**

СТ РК 1486-2005

Издание официальное

**Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Научно-производственный центр перерабатывающей и пищевой промышленности» Министерства сельского хозяйства Республики Казахстан, Техническим комитетом по стандартизации «Продукты питания» - ТК №31

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 28 декабря 2005 года № 498

3 Гармонизирован посредством применения ГОСТ 51447-99 (ИСО 3100-1-91) «Мясо и мясные продукты. Метод отбора проб», ИСО 936-98 «Мясо и мясные продукты. Определение золы»

4 В настоящем стандарте реализованы нормы законов Республики Казахстан: "О техническом регулировании", "О защите прав потребителей", "О языках в Республике Казахстан", "О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения", «О качестве и безопасности пищевых продуктов»

**5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДICНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2010 год
5 лет**

6 ВВЕДЕN ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Мясо и мясные продукты
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА**

Дата введения 2007-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо и мясные продукты (далее – мясо) и устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора.

Характеристики точности измерений, приведенные в настоящем стандарте, относятся только к колбасным изделиям.

Методика, изложенная в настоящем стандарте, может быть использована для определения общего фосфора в мясе для научных исследований.

Стандарты Российской Федерации, приведенные в настоящем стандарте применяются в порядке, установленном СТ РК 1.9.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК 1.9-2003 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных нормативных документов по стандартизации, метрологии, сертификации и аккредитации.

ГОСТ Р 51447-99 (ИСО 3100-1-91) Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб.

ГОСТ Р 51482-99 (ИСО 13760-96) Мясо и мясные продукты. Спектрометрический метод определения массовой доли общего фосфора.

3 Определения

В настоящем стандарте применяют термин по ГОСТ Р 51482:

Массовая доля общего фосфора в мясе и мясных продуктах: Массовая доля фосфора, определенная в соответствии с методикой, изложенной в настоящем стандарте, и выраженная как массовая доля пентоксида (пятиокиси) фосфора в процентах.

4 Сущность метода

Метод основан на минерализации навески, реакции взаимодействия фосфора с монованадатом аммония и гептамолибдатом аммония с образованием соединения желтого цвета и фотометрическом измерении оптической плотности при длине волны 430 нм.

5 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитического качества (на ниже х.ч.). Используемая вода должна быть дистиллированной или деминерализованной, или эквивалентной чистоты.

Издание официальное

СТ РК 1486-2005

5.1 Кислота азотная, разбавленная 1:2 (по объему).

Смешать один объем азотной кислоты (65%; $\rho_{20}=1,40 \text{ г/см}^3$) с двумя объемами воды.

5.2 Монованадат аммония (NH_4VO_3) (аммоний ванадиевокислый мета), раствор 2,5 г/дм³. Растворяют 2,5 г монованадата аммония в 500 см³ кипящей воды. Полученный раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Добавляют 20 см³ азотной кислоты, доводят объем до метки водой и перемешивают.

5.3 Гептамолибдат аммония [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\text{xH}_2\text{O}$] (аммоний молибденовокислый, 4-водный), раствор 50 г/дм³.

Растворяют 50 г тетрагидрата гептамолибдата аммония примерно в 800 см³ теплой воды (температура приблизительно 50°C). Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

5.4 Окрашивающий реактив

Смешивают один объем разбавленной азотной кислоты с одним объемом раствора монованадата аммония. Затем добавляют один объем раствора гептамолибдата аммония и перемешивают. При этом цвет окрашивающего реагента должен измениться от светло-желтого до бесцветного.

5.5 Фосфат, основной раствор массовых концентраций, с (P)=218 мг/дм³, с (P₂O₅)=500 мг/дм³.

Растворяют в воде 958,8 мг дигидроортогофосфата калия (K₂HPO₄), предварительно высушенного в течение 3 ч при температуре (103±2)°C и охлажденного в экскаторе.

Количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Доводят водой до метки и перемешивают.

5.6 Фосфат, стандартные (градуировочные) растворы, содержащие от 0,05 до 0,30 мг/см³ P₂O₅.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят пипеткой или бюреткой 10, 20, 30, 40, 50 и 60 см³ основного раствора фосфата. Добавляют в каждую колбу по 10 см³ азотной кислоты. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

Полученные градуировочные растворы содержат 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг/см³ P₂O₅ соответственно.

5.7 Контрольный раствор

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 2 см³ азотной кислоты и 30 см³ окрашивающего реагента. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

6 Аппаратура и средства измерения

Применяют обычное лабораторное оборудование, а также:

гомогенизатор или мясорубку механическую или электрическую с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,0 мм;

баню водянную, обеспечивающую поддержание температуры на уровне 100°C;

фильтр бумажный складчатый диаметром 15 см, не содержащий фосфатов;

спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (430±2) нм, или фотоэлектрический колориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (430±2) нм;

стеклянные кюветы толщиной слоя 10 мм;

весы аналитические с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,001 г;

колбы мерные с одной меткой вместимостью 100 и 1000 см³ и допускаемой относительной погрешностью ±0,2%;

пипетки мерные вместимостью 10, 20 см³ и допускаемой относительной погрешностью ±0,2%;

бюретки вместимостью 50 см³ и допускаемой относительной погрешностью 0,2 %;

муфельную печь.

П р и м е ч а н и е - Всю стеклянную посуду тщательно моют моющим средством, не содержащим фосфатов, затем ополаскивают дистиллированной водой.

7 Отбор проб

Отбор проб по ГОСТ Р 51447.

Проба должна быть представительной, а также без повреждений и изменений качества продукта при транспортировании и хранении.

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

Пробу хранят таким образом, чтобы предотвратить порчу изменение химического состава.

8 Подготовка пробы

8.1 Пробу измельчают, дважды пропуска через мясорубку и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более 25⁰С.

8.2 Измельченную пробу хранят не более 24 ч в воздухонепроницаемом, герметически закрытом сосуде, не допуская порчи и изменения состава продукта.

9 Методика проведения испытаний

9.1 Около 5 г подготовленной пробы взвешивают с точностью до третьего десятичного знака.

9.2 Минерализацию навески проводят в муфельной печи в соответствии [3].

9.3 Полученную золу растворяют в 10 см³ азотной кислоты, помешивая стеклянной палочкой.

9.4 Тигель накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 30 мин на кипящей водяной бане, охлаждают и количественно переносят жидкость в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем до метки водой, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые 5-10 см³ фильтрата.

9.5 В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 20 см³ прозрачного и бесцветного фильтрата и добавляют пипеткой или из бюретки 30 см³ окрашивающего реактива. Содержимое колбы доводят до метки водой, перемешивают и выдерживают не менее 15 мин.

9.6 Измеряет оптическую плотность раствора при длине волны (430±2) нм стеклянном кювете относительно контрольного раствора, используя спектрометр или фотоэлектрический колориметр со светофильтром.

9.7 По градуировочному графику, построенному в соответствии с 9.3, находят концентрацию фосфора в растворе образца.

9.8 Градуировочный график

9.8.1 В мерные колбы вместимостью 100 см³ пипеткой вносят по 20 см³ каждого градуировочного (стандартного) раствора фосфата.

К этим растворам добавляют по 30 см³ окрашивающего реактива. Доводят объем до метки водой для получения концентраций 10, 20, 40, 50 и 60 мкг/см³ P₂O₅, соответственно. Содержимое колбы перемешивают и выдерживают не менее 15 мин.

9.8.2 Измеряют оптическую плотность в соответствии с 9.6.

9.8.3 Ставят градуировочный график, откладывая измеренные значение оптической плотности против соответствующих концентраций разбавленных стандартных растворов фосфата и проводя прямую линию через отложенные точки и начала координат.

СТ РК 1486-2005

Для каждой серии анализов строят новый градуировочный график.

9.9 Проводят два единичных определения в одинаковых условиях в соответствии с 9.1 -9.3.

10 Обработка результатов

Массовую долю общего фосфора X (%), выраженную в виде массовой доли пентаоксида фосфора (пятиокиси фосфора), вычисляют по формуле:

$$X = \frac{c}{20m} \quad (1)$$

где с – концентрация пятиокиси фосфора, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

m – масса навески, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

11 Контроль точности метода

Точность метода установлена межлабораторными испытаниями в соответствии с [1], [2] только для колбасных изделий.

11.1 Сходимость Расхождение между результатами двух единичных определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в одной лаборатории, одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования, выполненными за короткий промежуток времени, не должно превышать 0,007%.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух единичных определений, если удовлетворяются условия сходимости, округленное до второго десятичного знака.

11.2 Воспроизведимость

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно превышать 0,0117%.

12 Оформление результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на метод, в соответствии с которым производился отбор проб;
- ссылку на используемый метод;
- полученные результаты;
- сходимость.

В протоколе испытаний должны быть отражены все подробности проведения испытания, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными, которые могли повлиять на результат.

Протокол испытаний должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

Приложение А
(справочное)

Библиография

- [1] Федеральный союз Немецкой Индустрии Гастрономии. Методы исследования для индустрии гастрономии. Бонн, Германия, в 1978.
- [2] Определение общего фосфора в мясе и мясных изделиях. Официальная коллекция исследований, действующих после 35 LMGB, Метод 06.00-9, «Beuth» издательство. Берлин, декабрь в 1992.
- [3] ИСО 936-98 Мясо и мясные продукты. Определение золы.

УДК 637.5:543.06:006.354

МКС 67.120.10

КПВЭД 15.1

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, продукты животного происхождения, пищевые продукты, мясо, мясо птицы, мясные продукты, химические анализы, определение содержания фосфора, спектрофотометрические методы, спектрометрический анализ

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60x84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»

Шартты баспа табагы 1,86. Таралымы _____ дана. Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» фирмасы
Тел.: 8 (7172) 240074