

## 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 9209Дата 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 аминокислоты 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<sup>3</sup>.

## 5.1.2. Реактив II

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

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

5.1.3. Бура, насыщенный раствор

Растворяют 50 г тетраборнокислого натрия ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) в 1000  $\text{cm}^3$  тепловатой воды и охлаждают до комнатной температуры.

5.2. Нитрит натрия, эталонные растворы

Растворяют в воде 1,000 г нитрита натрия ( $\text{NaNO}_2$ ) и разбавляют до 100  $\text{cm}^3$  в мерной колбе с одной меткой. С помощью пипетки наливают 5  $\text{cm}^3$  раствора в мерную колбу вместимостью 1000  $\text{cm}^3$  и разбавляют до метки.

Готовят серию эталонных растворов, наливая с помощью пипетки 5, 10 и 20  $\text{cm}^3$  полученного раствора в мерные колбы вместимостью 100  $\text{cm}^3$  и доливая водой до метки. Полученные эталонные растворы содержат соответственно 2,5; 5,0 и 10,0 мкг нитрита натрия на 1  $\text{cm}^3$ .

Эталонные растворы и разбавленный (0,05 г/дм<sup>3</sup>) 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 ( $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$ ) в 800  $\text{cm}^3$  воды. Охлаждают, при необходимости фильтруют и добавляют, помешивая, 100  $\text{cm}^3$  концентрированной соляной кислоты ( $\rho_{20}$  1,19 г/см<sup>3</sup>), затем доливают водой до 1000  $\text{cm}^3$ .

5.3.2. Раствор II

Растворяют в воде 0,25 г *N*-1-нафтилэтилендиамина дигидрохлорида ( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ), доливают водой до 250  $\text{cm}^3$ . Полученный раствор хранят в холодильнике, в хорошо закупоренной бутылки из коричневого стекла не более недели.

5.3.3. Раствор III

Разбавляют 445  $\text{cm}^3$  концентрированной соляной кислоты ( $\rho_{20}$  1,19 г/см<sup>3</sup>) водой до 1000  $\text{cm}^3$ .

## 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  $\text{cm}^3$  в соответствии с ГОСТ 1770.

6.4. Пипетки с одной меткой вместимостью 10  $\text{cm}^3$ , 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  $\text{cm}^3$ .

## 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<sup>3</sup> насыщенного раствора буры (п. 5.1.3) и 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> реактива I (п. 5.1.1) и 2 см<sup>3</sup> реактива II (п. 5.1.2), тщательно перемешивая после каждого добавления.

8.3.4. Переливают содержимое в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> (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<sup>3</sup>), но не более 25 см<sup>3</sup>, в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (п. 6.3) и доливают водой до 60 см<sup>3</sup>.

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

8.4.3. Добавляют 2 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 10 см<sup>3</sup> воды и 10 см<sup>3</sup> каждого из трех эталонных растворов нитрита натрия (п. 5.2), содержащих 2,5; 5,0 и 10,0 мкг нитрита на 1 см<sup>3</sup>.

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

## 9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### 9.1. Подсчет результатов

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

$$\text{NaNO}_2 = C \frac{2000}{m \cdot V},$$

где  $m$  — масса образца, г;

$V$  — объем части фильтрата (см. п. 8.4.1), взятой для фотометрического определения, см<sup>3</sup>;

$C$  — концентрация нитрита натрия в мкг/см<sup>3</sup>, 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**