



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

М'ЯСО ТА М'ЯСНІ ПРОДУКТИ

Визначення вмісту азоту
(контрольний метод)
(ISO 937–1978, IDT)

ДСТУ ISO 937:2005

Видання офіційне

БЗ № 12–2005/897

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2007

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технологічний інститут молока та м'яса УААН

ПЕРЕКЛАД ТА НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **С. Вербицький; Г. Єресько**, д-р техн. наук;
Л. Сенько; С. Старчевой; В. Шевченко (науковий керівник)

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: Наказ Держспоживстандарту України від 30 грудня 2005 р. № 385 з 2007–07–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 937–1978 Meat and meat products — Determination of nitrogen content (Reference method) (М'ясо та м'ясні продукти. Визначання вмісту азоту (контрольний метод))

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2007

ЗМІСТ

	с.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення поняття	1
4 Суть методу	1
5 Реактиви	1
6 Апаратура	2
7 Проба	3
8 Випробовування	3
9 Опрацювання результатів	4
10 Пояснення щодо випробовування	4
11 Протокол випробовування	5
Додаток НА Перелік стандартів, на які є посилання у цьому стандарті	6

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 937-1978 Meat and meat products — Determination of nitrogen content. (Reference method) (М'ясо та м'ясні продукти. Визначання вмісту азоту (контрольний метод)).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 140 «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Стандарт встановлює метод визначання вмісту азоту в м'ясі та м'ясних продуктах.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;

— структурні елементи цього стандарту «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації;

— позначки одиниць фізичних величин відповідають серії стандартів ДСТУ 3651:1997 Метрологія.

Одиниці фізичних величин;

— міжнародний стандарт ISO 3100-1-91 замінено на ISO 17604:2003, а ISO 3100-2-88 замінено на ISO 6887-2:2003;

— до розділів 5, 6, 7, 8 долучено «Національні примітки», які у тексті виділені рамкою;

— до розділу 2 «Нормативні посилання» долучено «Національне пояснення», яке у тексті виділено рамкою;

— до стандарту долучено національний додаток НА;

Копії документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати у Головному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

М'ЯСО ТА М'ЯСНІ ПРОДУКТИ

Визначення вмісту азоту (контрольний метод)

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания азота (контрольный метод)

MEAT AND MEAT PRODUCTS

Determination of nitrogen content (Reference method)

Чинний від 2007–07–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює контрольний метод визначання вмісту азоту в м'ясі та м'ясних продуктах.¹⁾

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ISO 3100 Meat and meat products — Sampling.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 3100 М'ясо та м'ясні продукти. Відбирання проб.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті застосовано такий термін та визначення позначеного ним поняття:

3.1 вміст азоту в м'ясі та м'ясних продуктах (*nitrogen content of meat and meat products*)

Кількість азоту, пропорційна аміаку, відіганому та визначеному за методикою, зазначеною нижче.

4 СУТЬ МЕТОДУ

Спалювання досліджуваної порції концентрованою сірчаною кислотою з використанням сульфату міді (II) як каталізатора для перетворювання органічного азоту на іони аміаку, підлучування, переганання вивільненого аміаку до надлишку розчину борної кислоти, титрування соляною кислотою для визначання аміаку, зв'язаного борною кислотою, та обчислення вмісту азоту у пробі, виходячи з кількості відіганого аміаку.

5 РЕАКТИВИ

Всі реактиви мають бути визнаної аналітичної чистоти. Треба використовувати або здистильовану воду, або, щонайменше, воду еквівалентної чистоти.

Національна примітка

В Україні використовують здистильовану воду згідно з ГОСТ 6709.

¹⁾ Див. також ISO 1871 Сільськогосподарські харчові продукти. Загальні настанови з визначання азоту за методом К'ельдаля.

5.1 Міді (II) сульфат пентагідрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

5.2 Калію сульфат (K_2SO_4) зневоднений.

5.3 Кислота сірчана, ρ_{20} 1,84 г/см³.

5.4 Натрію гідроксид, розчин, вільний від карбонату, що містить приблизно 33 г гідроксиду натрію (NaOH) на 100 г розчину.

Розчиняють 500 г гідроксиду натрію в 1000 см³ води.

5.5 Кислота борна, розчин.

Розчиняють 40 г борної кислоти (H_3BO_3) у воді та доводять до 1000 см³.

5.6 Кислота соляна, 0,1 N стандартний об'ємний розчин, нормальність якого відома до четвертого знака після коми.

5.7 Індикатор, розчин: змішують індикатор (метиловий червоний — метиленовий синій)²⁾, приготований розчиненням 2 г метилового червоного та 1 г метиленового синього в 1000 см³ у 95 % (об.) етанолі.

Цей індикатор змінює колір у разі pH 5,4.

Індикатор зберігають у брунатній пляшці в темному та прохолодному місці.

5.8 Кипілки (регулятори кипіння).

5.8.1 Для спалювання

Скляні кульки, карбід кремнію або черепки твердого фарфору.

5.8.2 Для переганяння

Карбід кремнію або щойно прожарені шматки пемзи.

6 АПАРАТУРА

Використовують звичайне лабораторне устаткування, якщо інше не зазначено окремо, і, зокрема, таке.

6.1 Механічна м'ясорубка, лабораторна, оснащена решіткою з вічками, діаметр яких не перевищує 4 мм.

6.2 Жиронепроникний папір розміром приблизно 9 см × 6 см.

6.3 Бюретка, 50 см³, що відповідає ISO/R 385, клас А.

Національна примітка В Україні чинний ГОСТ 29251(ISO 385-1).

6.4 Колба К'єльдаля місткістю не більше ніж 800 см³, оснащена, за бажанням, скляною грушею, яка нещільно припасована до горловини.

6.5 Установка для переганяння з водяною парою або, як варіант, звичайна установка для переганяння.

6.6 Нагрівальний пристрій, на якому колбу К'єльдаля можна нагрівати у нахиленому положенні таким чином, що джерело тепла контактує лише з тією частиною стінки колби, яка розташована нижче рівня рідини. У разі нагрівання на газу придатним є пристрій, що являє собою пластину з азбесту з круглим отвором, який виконано таким чином, що лише нижня частина колби контактує з відкритим полум'ям.

6.7 Ефективний пристрій для відсмоктування випаровувань кислот, утворених під час спалювання.

6.8 Аналітичні ваги.

²⁾ Також відомий як індикатор Ташіро.

7 ПРОБА

7.1 Представницька вибірка повинна бути щонайменше 200 г. Відбирають проби згідно з ISO 3100.

Національна примітка
В Україні відбирають проби згідно з ГОСТ 9792, ГОСТ 7269.

7.2 Пробу зберігають таким чином, щоб запобігти її псуванню або зміні складу. Консерванти, якщо їх застосовують, не повинні містити сполуки азоту в кількостях, що піддаються вимірюванню.

8 ВИПРОБОВУВАННЯ

8.1 Готування досліджуваної проби

Гомогенізують досліджувану пробу, пропускаючи її крізь м'ясорубку (6.1) щонайменше двічі та перемішуючи. Пробу тримають у цілком заповненому герметично закритому контейнері та зберігають таким чином, щоб запобігти псуванню та зміні складу. Після гомогенізування аналізують проби якомога швидше, наскільки це можливо, проте завжди протягом 24 год.

8.2 Досліджувана проба

До колби К'ельдаля (6.4) кладуть кілька кипілок (5.8), після чого додають приблизно 15 г зневодненого сульфату калію (5.2) та 0,5 г сульфату міді (II) (5.1).

З точністю до 0,001 г відважують 2 г (або 1,5 г — у випадку, якщо проба багата на жир) досліджуваної проби (8.1) на шматок жиронепроникного паперу (6.2), який разом з відваженою пробой переносять до колби К'ельдаля.

8.3 Визначання

До колби К'ельдаля додають 25 см³ сірчаної кислоти (5.3). Перемішують, злегка збовтуючи рідину. За бажанням у горловину колби вставляють скляну грушу конічним кінцем, спрямованим униз.

Колбу установлюють у нахиленому положенні (під кутом приблизно 40° до вертикального положення) на нагрівальний пристрій (6.6). Спочатку колбу злегка нагрівають, поки не припиниться спінення, а її вміст не стане повністю зрідженим. Далі спалюють інтенсивним кип'ятінням, час від часу обертаючи колбу, поки рідина не стане повністю прозорою і не набуде світлого синьо-зеленого кольору. Рідину кип'ятять ще протягом 90 хв.

Загальна тривалість спалювання не повинна бути менша ніж 2 год. Слідкують за тим, аби рідина, що сконденсувалася і не стікала по зовнішній поверхні колби. Запобігають втраті занадто великої кількості сірчаної кислоти через надмірне нагрівання під час спалювання, результатом чого, зазвичай, є втрата азоту.

Охолоджують приблизно до 40 °C та обережно додають 50 см³ води. Перемішують та дають змогу охолонути.

До конічної колби, місткістю приблизно 500 см³, з мірного циліндра заливають 50 см³ розчину борної кислоти (5.5), додають 4 краплі розчину індикатора (5.7), перемішують та поміщають колбу під холодильник установки для переганання (6.5) таким чином, щоб нижній кінець холодильника був занурений у рідину.

Вміст колби К'ельдаля обробляють одним із таких способів:

а) У випадку переганання з водяною паром

Переносять вміст колби К'ельдаля до установки для переганання та промивають колбу водою у кількості приблизно 50 см³. З використанням мірного циліндра додають 100 см³ розчину гідроксиду натрію (5.4), обережно заливають у нахилену горловину колби (з мірного циліндра) таким чином, щоб два шари у колбі не перемішалися. Негайно приєднують колбу до закриву установки для переганання. Нагрівають рідкий луг, пропускаючи крізь пару, доки він не закипить, та витримують у такому стані протягом 20 хв. Спочатку нагрівають лише злегка, аби зменшити до мінімуму спінення. Зібраний об'єм дистилату не повинен бути менший ніж 150 см³.

б) У випадку звичайного переганання

Обережно доливають вміст колби К'ельдаля водою у кількості приблизно 300 см³ та збовтують. За бажанням переносять цій розчин до колби місткістю 1000 см³. Приблизно через 15 хв мірним

циліндром додають 100 см³ розчину гідроксиду натрію (5.4), обережно заливають по нахиленій горловині колби таким чином, щоб два шари у колбі не перемішалися. негайно приєднують колбу до закриву установки для переганання.

Дистилують щонайменше 150 см³ рідини, навіть якщо час від часу наявні ознаки кипіння. Переганяють до того моменту, поки суміш не почне кипіти або поки не буде зібрано 250 см³ дистилату. Переконаються у тому, що дистилат добре охолонув, та запобігають нагріванню розчину борної кислоти.

Для обох способів, безпосередньо перед закінченням переганання, конічну колбу опускають таким чином, щоб кінець холодильника розташувався над рівнем рідини. Кінець холодильника, що розташований над рідиною, промивають (всередині та зовні) невеликою кількістю води. Лакмусовим папером, зволоженим здистильованою водою, перевіряють, чи закінчилося переганання аміаку; рідина, що крапає з холодильника не повинна змінювати колір паперу. Припиняють нагрівання. Якщо переганання виявилось неповним, виконують визначання ще раз, ретельно дотримуючись інструкцій.

Титрують вміст конічної колби розчином соляної кислоти (5.6). З точністю приблизно до 0,02 см³ фіксують необхідний об'єм розчину соляної кислоти.

Виконують два визначання з досліджуваними порціями, взятими від тієї самої досліджуваної проби.

8.4 Неробочий дослід

Завжди, коли використовують нові партії реактивів або щойно приготовані розчини, виконують (подвійний) неробочий дослід. Доцільно час від часу виконувати неробочий дослід для реактивів і розчинів, яких вже використовують протягом певного часу.

Неробочий дослід виконують згідно з 8.3, беручи лише сам шматок жиронепроникного паперу (6.2).

Національна примітка

В Україні використовують термін «контрольний» дослід.

9 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Метод обчислювання та формула

Уміст азоту в пробі, виражений, як масова частка, у відсотках, дорівнює:

$$0,014 \cdot (V_1 - V_0) \cdot \frac{100}{m},$$

де V_0 — об'єм, 0,1 N розчину соляної кислоти, використаної у неробочому досліді, см³;

V_1 — об'єм, 0,1 N розчину соляної кислоти, використаної під час визначання, см³;

m — маса досліджуваної проби, г.

Примітка. Якщо використовують стандартний об'ємний розчин соляної кислоти з іншою концентрацією, ніж зазначено у 5.6, під час обчислювання потрібно ввести відповідний поправковий коефіцієнт.

За результат беруть середнє арифметичне від результатів двох визначань, якщо дотримано умов збіжності (див. 9.2).

У протоколі фіксують вміст азоту у 100 г проби з точністю до 0,01 г.

9.2 Збіжність

Різниця результатів двох визначань, виконаних майже одночасно або протягом короткого проміжку часу одним оператором, повинна бути не більша ніж 0,10 г азоту у 100 г проби.

10 ПОЯСНЕННЯ ЩОДО ВИПРОБОВУВАННЯ

10.1 Визначання слід проводити у приміщенні, вільному від випаровувань аміаку.

10.2 Також можна визначати азот у певній кратній частині вмісту колби К'ельдаля. За таких умов виникне необхідність певних змін установки та порядку визначання (кількості та концентрації реактивів, які використовують, часу переганання, об'єму дистилату). Ці зміни слід відобразити у протоколі.

10.3 Азот, що походить з небілкових сполук, буде враховано у визначанні, і, якщо за вмістом азоту обчислюють вміст білка, результати не будуть точні.

Якщо додатково до результату, отриманого внаслідок використання азоту, потрібно навести результат, отриманий внаслідок використання білка, слід вказати застосований коефіцієнт.

11 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен відображати використаний метод та одержаний результат за азотом; якщо необхідний також результат за білком, слід вказувати застосований коефіцієнт. Слід згадувати всі деталі випробовування, не зазначені в цьому стандарті або зазначені як необов'язкові (зокрема, якщо під час визначання брали певну кратну частину — згідно з 10.2), разом з деталями всіх подій, що можуть вплинути на результат.

Протокол має містити також всю інформацію, необхідну для повної ідентифікації проби.

ДОДАТОК НА
(довідковий)

ПЕРЕЛІК СТАНДАРТІВ, НА ЯКІ Є ПОСИЛАННЯ У ЦЬОМУ СТАНДАРТІ

1 ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода здистильована. Технічні вимоги)

2 ГОСТ 7269–79 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести (М'ясо. Методи відбирання зразків та органолептичні методи визначання свіжості)

3 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 (Ковбасні вироби та продукти зі свинини, баранини, яловичини та м'яса інших видів забійних тварин і птахів. Правила приймання та методи відбирання проб)

4 ГОСТ 29251–91 (ИСО 385-1–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Бюретки. Частина 1. Загальні вимоги).

Код УКНД 67.120.10

Ключові слова: азот, визначання вмісту, м'ясо, м'ясні продукти, хімічний аналіз.

Редактор **А. Біденко**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **В. Варчук**
Верстальник **Т. Мосієнко**

Підписано до друку 12.11.2007. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93 Зам. **3912** Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний
і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14. 01. 2006 р., серія ДК, № 1647