
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
23041—
2015

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения оксипролина

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» (ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 августа 2015 г. № 1170-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 23041—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 23041—78

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартиформ, оформление, 2015, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Сущность метода	2
5 Требования безопасности	2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы	3
7 Отбор и подготовка проб	3
8 Подготовка к анализу	4
9 Проведение анализа	5
10 Обработка результатов	5
11 Метрологические характеристики	5
12 Контроль точности результатов измерений	6

Поправка к ГОСТ 23041—2015 Мясо и мясные продукты. Метод определения оксипролина

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 12 2021 г.)

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**Метод определения оксипролина**

Meat and meat products. Method for determination of oxyproline

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды мяса, включая мясо птицы, мясные и мясо-содержащие продукты, и устанавливает спектрофотометрический метод определения (анализа) оксипролина.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 745 Фольга алюминиевая для упаковки. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7702.2.0 Продукты убоя птицы, полуфабрикаты из мяса птицы и объекты окружающей производственной среды. Методы отбора проб и подготовка к микробиологическим исследованиям

ГОСТ 8756.0 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 9792 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26272 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

ГОСТ 26678 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 29224 (ИСО 386—77) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 массовая доля оксипролина в мясе, мясных и мясосодержащих продуктах: Массовая доля L-оксипролина, определенная в соответствии с методом, изложенным в настоящем стандарте, и выраженная в процентах к массе пробы продукта.

4 Сущность метода

Метод основан на выделении L-оксипролина при кислотном гидролизе пробы продукта, проведение цветной реакции с продуктами окисления ее с образованием соединения красного цвета и фотометрическом измерении оптической плотности раствора при длине волны (558 ± 2) нм.

5 Требования безопасности

5.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

5.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть оснащено 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.

5.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

* В Российской Федерации действует 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».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Гомогенизатор или мясорубка механическая по ГОСТ 4025 или электрическая по ГОСТ 20469, с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,5 мм.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры на уровне $(60 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Баня песчаная.

Спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (558 ± 2) нм, или фотоэлектроколориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (558 ± 2) нм, укомплектованный кюветами стеклянными с длиной рабочей грани 10 мм.

Весы неавтоматического действия с допускаемой погрешностью взвешивания не более $\pm 0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Колбы мерные с одной отметкой 2-100-1, 2-250-1, 2-1000-1 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн 1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки П2-10-90 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-56-80 ХС или В-75-110 ХС или ВР-56 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильники ХПТ 2-400-29/32 ХС или 2-600-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1-1-1-1, 1-1-1-2, 1-1-1-5, 1-1-1-10 по ГОСТ 29227.

Фольга алюминиевая по ГОСТ 745.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

рН-метр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, ч. д. а.

Термометр жидкостный по ГОСТ 29224, диапазон измерения температуры от $0 ^\circ\text{C}$ до $100 ^\circ\text{C}$, цена деления шкалы $0,1 ^\circ\text{C}$.

Бумага индикаторная универсальная, диапазон измерения рН 0—12.

Парадиметиламинобензальдегид, х. ч.

Хлорамин-Т, ч. д. а.

Хлорамин-Б, ч. д. а.

Кислота хлорная, х. ч.

Спирт пропиловый, х. ч.

Спирт изопропиловый, х. ч.

L-Оксипролин, с массовой долей основного вещества не менее 99,4 %.

Примечание — Допускается применение других средств контроля и вспомогательных устройств с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных, а также реактивов и материалов не ниже указанной степени чистоты и по качеству не ниже указанных.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб — по ГОСТ 7269, ГОСТ 9792, ГОСТ 7702.2.0, ГОСТ 8756.0.

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

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200,0 г.

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

7.2 Пробу измельчают на гомогенизаторе или дважды пропускают через мясорубку и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не более $25 ^\circ\text{C}$.

Подготовленную пробу помещают в воздухонепроницаемый сосуд, закрывают крышкой и хранят в холодильнике при температуре $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$ — не более 5 сут.

Анализ проводят в течение 24 ч после измельчения пробы.

8 Подготовка к анализу

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 6$ моль/дм³.

Смешивают 1 объем соляной кислоты ($\rho_{20} = 1,19$ г/см³) с 1 объемом дистиллированной воды. Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

8.1.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 10$ моль/дм³.

Растворяют 400 г натрия гидроокиси в 700 см³ дистиллированной воды.

Охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

8.1.3 Приготовление буферного раствора (рН = 6,0 ед.)

50 г лимонной кислоты, 12 см³ уксусной кислоты, 120 г уксуснокислого натрия, 34 г гидроокиси натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный раствор смешивают с 200 см³ дистиллированной воды и 300 см³ пропилового или изопропилового спирта. Измеряют рН полученного раствора на рН-метре и, при необходимости, доводят рН раствора до значения рН = 6,0 ед. уксусной кислотой или раствором гидроокиси натрия. Раствор хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 1 мес.

8.1.4 Приготовление реактива для окисления

1,41 г хлорамина-Т или хлорамина-Б растворяют в 10 см³ дистиллированной воды, добавляют 10 см³ пропилового или изопропилового спирта и 80 см³ буферного раствора. Раствор готовят в день использования.

8.1.5 Приготовление цветного реактива

10 г парадиметиламинабензальдегида растворяют в 35 см³ хлорной кислоты, непрерывно перемешивая. Полученный раствор смешивают с 65 см³ пропилового или изопропилового спирта. Раствор готовят в день использования.

8.1.6 Приготовление основного раствора L-оксипролина массовой концентрации $c(\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_3) = 1$ г/дм³

100 мг L-оксипролина растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ дистиллированной водой, добавляют одну каплю раствора соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 7 сут.

8.1.7 Приготовление рабочего раствора L-оксипролина массовой концентрации $c(\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_3) = 0,01$ г/дм³

1 см³ основного раствора растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ дистиллированной водой, доводят до метки и перемешивают. Раствор готовят перед использованием.

8.1.8 Приготовление градуировочных растворов L-оксипролина

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят 5, 10, 20, 30 см³ рабочего раствора L-оксипролина. Доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор готовят перед использованием.

Полученные градуировочные растворы содержат 0,5; 1; 2 и 3 мкг/см³ L-оксипролина соответственно.

8.1.9 Построение градуировочного графика

8.1.9.1 В пробирки вносят по 4 см³ каждого градуировочного раствора L-оксипролина, добавляют 2 см³ реактива для окисления, перемешивают и выдерживают при температуре (20 ± 2) °С 20 мин. Затем добавляют 2 см³ цветного реактива, перемешивают, закрывают пробирку алюминиевой фольгой и помещают на водяную баню с температурой $(60 \pm 0,5)$ °С и выдерживают 15 мин. Одновременно готовят два контрольных раствора, используя вместо градуировочных растворов дистиллированную воду.

8.1.9.2 Измеряют оптическую плотность в соответствии с 9.6 и 9.7.

8.1.9.3 По средним данным, полученным из трех основных растворов L-оксипролина, строят градуировочный график, откладывая измеренные значения оптической плотности на оси ординат против соответствующих концентраций разбавленных градуировочных растворов оксипролина на оси абсцисс и проводя прямую линию через отложенные точки и начало координат.

9 Проведение анализа

9.1 В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают около 4 г подготовленной анализируемой пробы, взвешенной с точностью до третьего десятичного знака и добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 6$ моль/дм³.

9.2 Гидролиз анализируемой пробы проводят в течение 8 ч на песчаной бане, соединив коническую колбу с холодильником.

9.3 Полученный теплый гидролизат фильтруют через бумажный фильтр, используя воронку, в мерную колбу вместимостью 250 см³, промывая коническую колбу и фильтр дистиллированной водой температурой 60 °С — 70 °С. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

9.4 4—10 см³ гидролизата (в зависимости от предполагаемого содержания оксипролина в пробе) вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 50—60 см³ дистиллированной воды и нейтрализуют раствором гидроксида натрия $c(\text{NaOH}) = 10$ моль/дм³ до pH = 6,0 по индикаторной бумаге. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

9.5 В пробирку вносят 4 см³ раствора гидролизата, добавляют 2 см³ реактива для окисления, перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 20 мин. Затем добавляют 2 см³ цветного реактива, перемешивают, закрывают пробирку алюминиевой фольгой и помещают на водяную баню с температурой $(60,0 \pm 0,5)$ °С и выдерживают 15 мин. Одновременно готовят два контрольных раствора, используя вместо гидролизата дистиллированную воду.

9.6 Пробирки охлаждают в течение 3 мин водой или льдом и не позднее чем через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора.

9.7 Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (558 ± 2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со светофильтром.

9.8 По градуировочному графику, построенному в соответствии с 8.1.9, находят концентрацию L-оксипролина в растворе пробы.

9.9 Для проверки выполнения условий повторяемости (сходимости) проводят два параллельных определения в соответствии с 9.1—9.7.

10 Обработка результатов

Массовую долю L-оксипролина X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 10^6}, \quad (1)$$

где C — концентрация L-оксипролина найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

250 — объем гидролизата см³;

100 — объем раствора, полученный после разбавления гидролизата, см³;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески, г;

V — объем гидролизата, отобранный для нейтрализации, см³;

10^6 — коэффициент пересчета мкг в г.

Вычисление проводят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до третьего десятичного знака, если удовлетворяются условия повторяемости (сходимости).

11 Метрологические характеристики

Точность метода установлена межлабораторными испытаниями выполненными в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6.

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование определяемого показателя	Показатели точности			
	Диапазон измерений массовой доли, %	Границы относительной погрешности, $\pm \delta$, %	Предел повторяемости (сходимости) r , %	Предел воспроизводимости R , %
Массовая доля оксипролина	от 0,003 до 0,280 включ.	12	0,10 $x_{\text{ср}}$	0,25 $X_{\text{ср}}$
	св. 0,280 до 1,000 включ.	8	0,05 $x_{\text{ср}}$	0,1 $X_{\text{ср}}$
$x_{\text{ср}}$ — среднееарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %; $X_{\text{ср}}$ — среднееарифметическое значение результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %.				

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 предела повторяемости (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 определений, %;
 r — предел повторяемости, %.

Расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R , 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, %;
 R — предел воспроизводимости, %.

Границы относительной погрешности, результата измерений ($\pm \delta$) $P = 0,95$, при соблюдении условий настоящего стандарта, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов анализа (повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, в соответствии с пунктом 6.2 по ГОСТ ИСО 5725-6.

12.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 1.

12.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 1.

УДК 637.5.07:006.354

МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, мясосодержащие продукты, мясо птицы, оксипролин, L-оксипролин, спектрофотометрический метод

Редактор переиздания *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.11.2019. Подписано в печать 20.11.2019. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Поправка к ГОСТ 23041—2015 Мясо и мясные продукты. Метод определения оксипролина

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 12 2021 г.)