

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51447–99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб.

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия.

Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 51652-2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования номенклатуры видов защиты

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4025–95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4166-76 Реактивы Натрий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1-77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. 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 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20469-95 Электромясорубки бытовые. Технические условия.

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26678-85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования 1.

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяют в части, не затрагивающей эту ссылку.

4 Сущность метода

Метод основан на титровании свободных жирных кислот водным раствором гидроокиси натрия

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб – по ГОСТ Р 51447, ГОСТ 9792.

5.2 Пробу мяса, мясных, мясосодержащих продуктов, жира-сырца и продуктов из шпика измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают.

5.3 Подготовленную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200-400 см³ и закрывают крышкой.

Подготовленную пробу хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 24 часов после измельчения.

6 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры (103 ± 2) °С

Встряхиватель лабораторный с диапазоном частот колебаний платформ от 100 до 150 колебаний в мин.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,1$ мг

Холодильник по ГОСТ 26678

Баня водяная, обеспечивающая регулирование температуры от 30 до 100°С

Пипетки 7-2-10 по ГОСТ 29227

Цилиндры 1-10-1, 1-100-1, 1-250-1 по ГОСТ 1770

Воронки В-36-80 ХС, В-56-80 ХС по ГОСТ 25336

Колба Кн-1-250-29/32 по ГОСТ 25336

Стаканы В-2-150 ТС по ГОСТ 25336

Чашки для выпаривания плоскодонные ЧПВ-2-50 по ГОСТ 25336

Эксикатор 2-140 или 2-190 по ГОСТ 25336

Ступка 4 по ГОСТ 9147

Пестик 2 по ГОСТ 9147

Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770, откалиброванные на наливной объем

Бюретка 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c (H₂SO₄) = 0,1 моль/дм³

Хлороформ по ГОСТ 20015

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH)=0,1 моль/дм³

Стандарт-титры натрия гидроксида, масса вещества в ампуле 0,1 г/моль

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х.ч

Кальций хлористый по ГОСТ 450, т

Индикатор: фенолфталеин, метиловый-оранжевый

Спирт этиловый по ГОСТ Р 51652

Допускается применять другие средства измерений, оборудование и материалы с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивы по качеству не хуже указанных в настоящем стандарте.

7 Подготовка к испытанию

7.1 Приготовление растворов

7.1.1. Приготовление 1%-ного раствора фенолфталеина

1 г препарата растворяют в 80 см³ этилового спирта и доводят объем раствора водой до 100 см³

7.1.2 Раствор натрия гидроокиси молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³

7.1.2.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия по ГОСТ 25794.1

250 г гидроокиси натрия растворяют в фарфоровом или пластмассовом стакане в 250 см³ воды. После охлаждения раствор переносят в стеклянный цилиндр или полиэтиленовый сосуд, закрывают резиновой или полиэтиленовой пробкой и в течение 2-3 недель выдерживают до полного осаждения углекислого натрия, нерастворимого в растворе гидроокиси натрия указанной концентрации.

В отстоявшемся прозрачном концентрированном растворе устанавливают содержание гидроокиси натрия по плотности (с применением таблиц) или титрованием. При титриметрическом определении 1 см³ раствора, отобранного пипеткой, доводят водой до 40 см³ и титруют раствором серной или соляной кислот концентрации 1 моль/дм³. 1 см³ раствора серной кислоты концентрации точно $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³ или соляной кислоты концентрации точно

$c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³ соответствует 0,04 г гидроокиси натрия.

Для приготовления 1 дм³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ берут объем концентрированного раствора, соответствующее 4,0 г гидроокиси натрия.

Затем объем раствора доводят водой до 1 дм³.

[ГОСТ 25794.1-83, п.2.2.2]

7.1.2.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия из стандарт-титра (фиксанала)

Теплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1 дм³ вставляют воронку с вложенным в нее стеклянным бойком, острый конец которого должен быть обращен вверх. Тонкое дно ампулы

разбивают ударом об острый конец бойка, пробивают верхнее углубление ампулы и все содержимое осторожным встряхиванием высыпают в колбу. Ампулу промывают дистиллированной водой. Промыв ампулу, ее удаляют, раствор доливают дистиллированной водой до метки, и тщательно перемешивают.

7.1.2.3 Определение поправки к номинальной концентрации раствора гидроокиси натрия

Поправку к номинальной концентрации раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$, приготовленного по п. 7.1.2.1, п.7.1.2.2, определяют по ГОСТ 25794.1

1,2 – 1,5 г кислого йодноватистоокислого калия растворяют в 100 см^3 горячей воды. После охлаждения добавляют 2-3 капли раствора метилового оранжевого (возможно применение других индикаторов) и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода розовой окраски раствора в оранжево-желтую. [ГОСТ 25794.1-83, п.2.2.3]

7.2 Подготовка пробы

7.2.1 20 - 50 г пробы, подготовленной по п 4.2, помещают в фарфоровую ступку, добавляют 40 – 100 г натрия серноокислого безводного и тщательно растирают смесь пестиком до однородного состояния.

7.2.2 Подготовленную пробу переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 , добавляют $100 - 150 \text{ см}^3$ хлороформа, закрывают пробкой. Колбу помещают на лабораторный встряхиватель и проводят экстракцию жира в течение 5 мин, дают смеси отстояться и фильтруют через бумажный фильтр.

7.2.3 10 - 20 г пробы жира-сырца или продукта из шпика, подготовленной по п. 5.2 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 , добавляют 100 см^3 хлороформа, закрывают пробкой, далее экстракцию проводят по п.7.2.2.

8 Проведение испытаний

Определение проводят при искусственном освещении или при рассеянном

дневном свете.

8.1 В стакан вместимостью 150 см³ последовательно вносят 10 см³ фильтрата, полученного по п. 7.2.2 и по п. 6.2.3, 10 см³ этилового спирта, 1-2 капли 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют раствором натрия гидроокиси до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 сек.

8.2 Определение массы жира

8.2.1 10 см³ фильтрата, полученного по п. 7.2.2 и по п.7.2.3, переносят в предварительно высушенную и взвешенную чашку для выпаривания, упаривают на водяной бане при температуре не выше 60°C до полного удаления растворителя, а затем высушивают в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2)°C до постоянной массы.

8.2.2 Массу жира (m), содержащегося в навеске, вычисляют по формуле

$$m = m_1 - m_2,$$

где m₁ – масса чашки с экстрактом после высушивания, г;

m₂ – масса пустой чашки, г.

9 Обработка и оформление результатов

9.1 Кислотное число X, мг КОН/г жира, содержащегося в пробе, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V * K * 5,61}{m}, \quad (1)$$

где V – объем раствора натрия гидроокиси или калия гидроокиси молярной концентрации c (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм³, израсходованного на титрование, см³;

K – поправка к номинальной концентрации раствора натрия гидроокиси или калия гидроокиси молярной концентрации c (NaOH или KOH) = 0,1 моль/дм³;

m- масса жира в навеске, г;

5,61 – количество гидроокиси калия, содержащиеся в 1 см³ раствора молярной концентрацией с 0,1 моль/дм³

9.2 За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$(X_1 - X_2) \leq r, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 – результаты двух параллельных измерений, мг КОН/г

r – значение предела повторяемости, мг КОН/г, приведенный в таблице 1.

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака. Мясо, мясные, мясосодержащие продукты, жир-сырец и продукты из шпика считаются свежими, если значение кислотного числа в них не превышает 4 мг КОН/г

10 Метрологические характеристики

10.1 Диапазон измерений кислотного числа от 0,1 до 40,0 (включительно) мг КОН/г жира в пробе.

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

Таблица 1
Значения показателей точности метода и результатов измерений

Измеряемый показатель	Значение измеряемой величины, Кислотное число, мг КОН/г жира в пробе	Показатели точности		
		Границы относительной погрешности, $\pm \delta$, %	Предел повторяемости (сходимости), r , мг КОН/г жира в пробе	Предел воспроизводимости, R , мг КОН/г жира в пробе
Кислотное число, мг КОН/г жира в пробе	От 0,1 до 2,0 включительно	10	0,04	0,10
	От 2,0 до 40,0 включительно	5	0,08	0,20

11 Точность метода

11.1 Межлабораторные испытания

Точность метода была установлена при межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2.

12 Требования безопасности

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

12.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть снабжено 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.

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

УДК 637.5.04/.07:006.354

ОКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, мясосодержащие продукты,
кислотное число, испытание, окисление, жир-сырец, продукты из шпика

Директор ГНУ ВНИИМП им. В.М. Горбатова
Россельхозакадемии

А.Б. Лисицын

Зам.директора по научной работе

А.А. Семенова

Руководитель центра научно-
методических работ и контрольно-
аналитических исследований

Ю.К. Юшина

Зав.лаб. научно-методических
работ и контрольно-аналитических
исследований

Н.Л. Вострикова

Старший научный сотрудник

И.А. Становова

Заведующий отделом стандартизации
и сертификации

О.А. Кузнецова