ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54346— 2011

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения перекисного числа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом мясной промышленности имени В.М. Горбатова Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМП им. В.М. Горбатова Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 226 «Мясо и мясная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 июля 2011 г. № 166-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

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 Сущность метода . . . 2
4 Требования безопасности . . . 2
5 Отбор и подготовка проб . . . 2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы . . . 3
7 Подготовка к анализу . . . 3
8 Проведение анализа . . . 4
9 Обработка результатов . . . 5
10 Метрологические характеристики . . . 5
11 Контроль точности результатов измерений . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения перекисного числа

Meat and meat products.
Method for determination of peroxide number

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, мясные, мясосодержащие продукты, жир-сырец и продукты из шпика (далее — продукты) и устанавливает метод определения перекисного числа в диапазоне значений от 0 до 40 ммоль активного кислорода/кг жира, содержащегося в продукте.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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 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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 6016—77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

Издание официальное

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 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие 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 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26678—85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессорные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — 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 информационному 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 заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяют в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия продуктов окисления животных жиров (перекисей и гидроперекисей) с йодистым калием в растворе уксусной кислоты и хлороформа с последующим количественным определением выделившегося йода раствором тиосульфата натрия титриметрическим методом.

4 Требования безопасности

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

4.2 Помещение, в котором проводят 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.

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

5 Отбор и подготовка проб

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

5.2 Пробу продукта измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают.

5.3 Подготовленную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200—400 $см^3$ и закрывают крышкой.

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

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

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 ± 0,1 мг.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, 20 %-ный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., 30 %-ный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., 50 %-ный раствор.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

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

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068, водные растворы молярных концентраций c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3 и c ($Na_2S_2O_3$) = 0,01 моль/дм^3.

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

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 0,5 %-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 1 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Секундомер.

Часы песочные на 5 мин.

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

Пипетки 4-2-1, 7-2-10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 2-25-0,5 по ГОСТ 1770.

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

Колба ККШ-250-29/32 ГОСТ 25336.

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

Эксикатор 2-140 или 2-190 по ГОСТ 25336.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, т.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Ступка 5 по ГОСТ 9147.

Пестик 2 по ГОСТ 9147.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

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

Бюретка по ГОСТ 29251.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по чистоте и материалов по качеству не ниже указанных.

7 Подготовка к анализу

7.1 Приготовление растворов

7.1.1 30 % и 50 %-ные растворы йодистого калия готовят непосредственно перед использованием.

7.1.2 Приготовление 0,5 %-ного раствора крахмала

5 г растворимого крахмала смешивают с 25 см^3 дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 475 см^3 кипящей дистиллированной воды и кипятят в течение 3 мин.

7.1.3 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

10 г растворимого крахмала смешивают с 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 950 см^3 кипящей дистиллированной воды и кипятят в течение 3 мин.

7.1.4 Раствор тиосульфата натрия с молярной концентрацией $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/дм³ готовят двумя способами:

- из серноватистокислого натрия — реактива;
- из стандарт-титров (фиксаналов) серноватистокислого натрия.

7.1.4.1 Приготовление раствора тиосульфата натрия — по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11).

25,00 г серноватистокислого натрия растворяют в 400 см³ воды, прибавляют 10 см³ изобутилового спирта, тщательно перемешивают, доводят объем водой до 1 дм³. Раствор годен к применению через 10—14 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

7.1.4.2 Приготовление раствора тиосульфата 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 и все содержимое осторожным встряхиванием высыпают в колбу. Ампулу промывают дистиллированной водой и удаляют, раствор доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор годен к применению через 10—14 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Если при хранении появляются хлопья или осадок, раствор не применяют.

7.1.4.3 Срок хранения раствора тиосульфата натрия с молярной концентрацией $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/дм³ без дополнительного контроля концентрации — 1 мес.

7.1.4.4 Определение коэффициента поправки к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия

Определение коэффициента поправки к номинальной концентрации $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/дм³, приготовленного по 7.1.4.1—7.1.4.2, определяют по ГОСТ 25794.2.

7.1.5 Приготовление раствора тиосульфата натрия с молярной концентрацией $c(Na_2S_2O_3)$ = = 0,01 моль/дм³

Для получения раствора тиосульфата натрия с молярной концентрацией $c(Na_2S_2O_3)$ = = 0,01 моль/дм³ раствор с молярной концентрацией $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/дм³ разбавляют в 10 раз. Разбавление проводят непосредственно перед использованием.

7.2 Подготовка пробы

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

7.2.2 Подготовленную пробу переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 100—150 см³ хлороформа, закрывают пробкой. Колбу помещают на лабораторный встряхиватель, 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 4.2, помещают в коническую колбу, добавляют 100 см³ хлороформа, закрывают пробкой, далее экстракцию проводят по 7.2.2.

8 Проведение анализа

Определение проводят при искусственном освещении или при рассеянном дневном свете.

8.1 В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят последовательно 10 см³ экстракта, 10—15 см³ ледяной уксусной кислоты и 1 см³ 50 %-ного свежеприготовленного раствора йодистого калия, после чего колбу сразу же закрывают, перемешивают содержимое и оставляют в течение 5 мин в темном месте при температуре 15 °С — 25 °С.

По истечении вышеуказанного времени в колбу приливают 100 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, добавляют 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала. При наличии перекисей и гидроперекисей раствор приобретает однородный фиолетово-синий цвет.

Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,01 моль/дм³ до молочно-белой окраски, устойчивой в течение 5 с.

8.2 Определение массы жира в экстракте

10 см³ экстракта переносят в предварительно высушенную и взвешенную чашку для выпаривания, упаривают на водяной бане при температуре не выше 60 °С до полного удаления растворителя, а затем высушивают в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы. Массу навески жира m, г, вычисляют по формуле

$$m = m_1 - m_2, \quad (1)$$

где m_1 — масса бюксы с экстрактом после высушивания, г;

m_2 — масса пустой бюксы, г.

9 Обработка результатов

9.1 Перекисное число X, ммоль активного кислорода/кг жира, содержащегося в пробе, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C \cdot K \cdot 1000}{m}, \quad (2)$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, использованный при анализе, см^3;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, использованный при контрольном определении, см^3;

C — концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3;

K — коэффициент поправки к титру раствора тиосульфата натрия;

1000 — коэффициент, учитывающий пересчет результата измерения в ммоль/кг;

m — масса навески жира, г.

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

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн} \cdot 0{,}01\overline{X}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, ммоль активного кислорода /кг жира;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных определений, ммоль активного кислорода /кг жира;

$r_{отн}$ — значение предела повторяемости, % (см. таблицу 1).

9.3 Абсолютное расхождение между результатами двух определений, полученными в двух различных лабораториях в условиях воспроизводимости R, не должно превышать

$$|X' - X''| \le R_{отн} \cdot 0{,}01\overline{X}, \quad (4)$$

где X' и X'' — результаты определений в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, ммоль активного кислорода /кг жира;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, выполненных в условиях воспроизводимости, ммоль активного кислорода/кг жира;

$R_{отн}$ — значение предела воспроизводимости, % (см. таблицу 1).

9.4 Результат анализа, округленный до первого десятичного знака, в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm 0{,}01\delta \cdot \overline{X}, \quad \text{при} \quad P = 0{,}95,$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов определений, признанных приемлемыми (см. 8.2), ммоль активного кислорода/кг жира;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (см. таблицу 1).

Продукты считаются свежими, если значение перекисного числа в них не превышает 10 ммоль активного кислорода/кг жира, содержащегося в продукте.

10 Метрологические характеристики

При соблюдении условий, регламентированных настоящим стандартом, значение погрешности, пределов повторяемости и воспроизводимости результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерений, ммоль активного кислорода/кг жира	Предел повторяемости, $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости, $R_{отн}$, %	Границы относительной погрешности, ± δ, %
Перекисное число	От 0,1 до 5,0 включ.	10	14	10
	От 5,1 до 40,0	5	7	5

11 Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений при определении перекисного числа осуществляют путем проведения контролей повторяемости (см. 8.2) и воспроизводимости (см. 8.3).

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.

УДК 637.5.04/.07:006.354 ОКС 67.120.10 Н19 ОКСТУ 9209

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

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.01.2012. Подписано в печать 01.02.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,97. Тираж 206 экз. Зак. 139.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru