ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55483— 2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение жирно-кислотного состава методом газовой хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 28 июня 2013 г. № 363-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение жирно-кислотного состава методом газовой хроматографии

Meat and meat products.
Determination of fatty acids composition by gas chromatography

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, субпродукты, жир-сырец, мясные и мясосодержащие продукты, продукты из шпика и устанавливает метод газовой хроматографии для определения качественного и количественного состава жирных кислот жировой части продукта.

Диапазон измерения массовых долей жирных кислот от 0,03 % до 98 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие 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 Р 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 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 23042 Мясо и мясные продукты. Методы определения жира

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. 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 требования

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Издание официальное

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 Р 50444 Приборы, аппараты и оборудование медицинские. Общие технические условия

ГОСТ Р 51447 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51483 Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров индивидуальных жирных кислот к их сумме[1)]

ГОСТ Р 51486 Масла растительные и жиры животные. Получение метиловых эфиров жирных кислот[2)]

ГОСТ Р 51652 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия[3)]

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

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

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на жидкостной экстракции липидов животного происхождения органическими растворителями, позволяющий выделить 90 % — 95 % всех клеточных липидов, и метилировании липидных триглицеридов посредством гидролиза, с последующим переводом полученных жирных кислот в метиловые эфиры и хроматографическим анализом смесей на автоматическом газовом хроматографе с пламенно-ионизационным детектором для выявления состава и определения массовой доли индивидуальных жирных кислот.

4 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Хроматограф газовый лабораторный с программным обеспечением, включающий инжектор для капиллярных колонок с делителем потока или вводом пробы непосредственно в колонку в виде автосамплера, термостат с программированием температуры, обеспечивающий нагрев колонки до температуры не менее 260 °С, поддерживающий температуру с точностью ±0,1 °С, колонку капиллярную из стекла или плавленого кварца длиной от 30 м, внутренним диаметром от 0,2 до 0,8 мм на основе полиэтиленгликоля, детектор пламенно-ионизационный, обеспечивающий нагрев до температуры выше температуры колонки.

Микрошприц вместимостью 1 или 10 мм^3.

[1)] Действует ГОСТ 31663—2012.

[2)] Действует ГОСТ 31665—2012.

[3)] Действует ГОСТ 5962—2013.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Водород технический по ГОСТ 3022, марки А, или водород электролизный от генератора, с техническими характеристиками не ниже указанных:

- чистота водорода — 99,995 %;
- максимальное выходное давление — 4 бар.

Воздух по ГОСТ 17433 класса 0 из безмасляного воздушного компрессора.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,01 мг.

Микроизмельчитель тканей.

pH-метр, позволяющий проводить измерения с допускаемой погрешностью ±0,1 ед. pH.

Дозатор пипеточный переменного объема по ГОСТ Р 50444.

Баня водяная или глицериновая.

Термометр с пределом измерения температуры от 0 °С до 100 °С с ценой деления 1 °С по ГОСТ 29224.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Центрифуга лабораторная с регулируемым числом оборотов до 8000 об/мин.

Испаритель роторный или вакуумирующий насос для отгона летучих компонентов.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Пипетки 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169.

Воронки стеклянные ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

Бутыли стеклянные для растворов по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-500-2, 2-1000-2, 2-2000-2 по ГОСТ 1770.

Пробирки пластиковые с крышкой типа «Эппендорф» вместимостью 1 или 2 $см^3$.

Пробирка мерная П-2-25-14/23 по ГОСТ 1770.

Стаканы химические В-1-10, В-1-50, В-1-100, В-1-250, В-1-500, В-1-1000 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 2-25, 2-100, 2-1000 по ГОСТ 1770.

Холодильник стеклянный ХСВО–10–14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Флаконы — виалы для жидких проб вместимостью 2,5 $см^3$ в комплекте автосамплера газового хроматографа.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гексан для хроматографии, х. ч.

Этилацетат для хроматографии, х. ч.

Ацетонитрил для хроматографии, х. ч.

Метанол-яд для хроматографии, х. ч.

Ацетилхлорид, х. ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015, х. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Стандартный раствор смеси метиловых эфиров С6 — С24 жирных кислот[1)] в метиленхлориде, массовой концентрации 10 мг/$см^3$: капроновой (caproic acid C6:0), каприловой (octanoic C8:0), каприновой (decanoic C10:0), деценовой (decenoic C10:1), ундециловой (undecanoic C11:0), лауриновой (dodecanoic C12:0), тридекановой (tridecanoic C13:0), миристиновой (tetradecanoic C14:0), миристо-леиновой (*cis*-9-tetradecenoic C14:1), пентадекановой (pentadecanoic C15:0), *цис*-10-пентадеценовой (*cis*-10-pentadecenoic C15:1), пальмитиновой (hexadecanoic C16:0), пальмитолеиновой (*cis*-9-hexadecenoic C16:1), маргариновой (heptadecanoic C17:0), гептадеценовой (*cis*-10-heptadecenoic C17:1), стеариновой (octadecanoic C18:0), олеиновой (*cis*-9-octadecenoic C18:1n9c), элаидиновой (*trans*-9-octadecenoic C18:1n9t), линолевой (*cis*-9,12-octadecadienoic C18:2n6), гамма-линоленовой (*cis*-6,9,12-octadecatrienoic C18:3n6), альфа-линоленовой (*cis*-9,12,15-octadecatrienoic C18:3n3), нондекановой (nonadecanoic C19:0), арахиновой (eicosanoic C20:0), гадолеиновой (*cis*-9-eicosenoic C20:1n9), *цис*-11,14-эйкозадиеновой (*cis*-11,14-eicosadienoic C20:2n6), *цис*-8,11,14-эйкозатриеновой (*cis*-8,11,14-eicosatrienoic acid C20:3n6),

[1)] Используется стандартный раствор смеси метиловых эфиров С6 — С24 жирных кислот, Supelco, № 47885U. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других стандартных растворов с аналогичными свойствами.

цис-11,14,17-эйкозатриеновой (*cis*-11,14,17-eicosatrienoic C20:3n3), арахидоновой (*cis*-5,8,11,14-eicosatetraenoic C20:4n6), эйкозапентаеновой (*cis*-5,8,11,14,17-eicosapentaenoic C20:5n3), генэй-козановой (heneicosanoic C21:0), бегеновой (docosanoic C22:0), эруковой (*cis*-13-docosenoic C22:1n9), *цис*-13,16-докозадиеновой (*cis*-13,16-docosadienoic C22:2n6), клупанодоновой (*cis*-7,10,13,16,19-docosapentaenoic C22:5n3), докозагексаеновой (*cis*-4,7,10,13,16,19-docosahexaenoic C22:6n3), трикозановой (tricosanoic C23:0), лигноцериновой (tetracosanoic C24:0), нервоновой (*cis*-15-tetracosenoic C24:1) по [1], или стандартные образцы отдельных метиловых эфиров вышеуказанных жирных кислот, х. ч.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

5 Отбор и подготовка проб

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

5.2 От представительной пробы продукта с заранее определенной массовой долей жира по ГОСТ 23042 отбирают лабораторную пробу массой не менее 200 г.

Пробу измельчают на микроизмельчителе тканей в течение 0,5 ч при 2000 об/мин и хранят в холодильнике при температуре от 0 °С до 5 °С до полного завершения испытания в течение суток.

Допускается хранение проб при температуре от минус 20 °С до минус 10 °С в герметичной упаковке в течение одной недели с даты отбора проб на исследование.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Приготовление 15 %-ного раствора ацетилхлорида в метаноле

В колбу или стакан вместимостью 500 см^3 количественно вносят 50 см^3 метанола и осторожно по каплям прибавляют 7,5 см^3 ацетилхлорида. Колбу во избежание резкого вскипания смеси охлаждают под струей холодной проточной воды или путем ее помещения в снег или лед.

Срок хранения раствора в герметично укупоренном сосуде при комнатной температуре — не более 2 мес.

6.1.2 Приготовление насыщенного раствора гидроксида калия в метаноле

16,0 г гидроксида калия вносят в колбу вместимостью 200 см^3 и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды (около 10 см^3) одновременно охлаждают под струей проточной холодной воды и добавляют 100 см^3 метанола.

Срок хранения раствора в герметично укупоренном сосуде при комнатной температуре — не более 2 мес.

6.1.3 Приготовление насыщенного водного раствора хлорида натрия

35,0 г хлорида натрия вносят в колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в 65 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в герметично укупоренном сосуде при комнатной температуре — не более 2 мес.

6.1.4 Приготовление стандартного раствора смеси метиловых эфиров жирных кислот

0,1 мг стандартного раствора смеси метиловых эфиров или стандартных образцов отдельных метиловых эфиров С6 — С24 жирных кислот растворяют в 1 см^3 метанола или гексана в стакане вместимостью 10 см^3 и получают раствор концентрации 0,1 мг/см^3.

Для целей градуировки допускается разбавлять 1 см^3 полученного раствора в 10 раз, смешивая его с 9 см^3 гексана, или использовать готовые растворы метиловых эфиров жирных кислот.

Раствор используют свежеприготовленным.

При использовании смеси разных метиловых эфиров С6 — С24 жирных кислот целесообразно для последующей хроматографической идентификации использовать стандартные растворы различной концентрации этих веществ. Например, концентрация первого вещества 0,1 мг/см^3, второго вещества, дающего на хроматограмме соседний пик, 0,01 мг/см^3 и т. д., чередуя концентрации. Оптимальное значение концентрации для достаточного сигнала регистрации на экране устанавливается эксперимен-

тально для хроматографа конкретного типа. Например, хорошая идентификация пиков наблюдается при получении выходного сигнала более 10 мВ с общей интенсивностью сигнала в 1000 мВ. Для полной характеристики анализируемой пробы жира используют раствор смеси всех содержащихся в пробе стандартов метиловых эфиров жирных кислот.

Допускается хранение смеси метиловых эфиров или отдельных метиловых эфиров С6 — С24 жирных кислот в метаноле при температуре минус 20 °С в запаянной стеклянной ампуле в течение 2 мес.

6.2 Проведение экстракции

10 г анализируемой пробы помещают в колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см^3, заливают смесью 10 см^3 метанола и 10 см^3 хлороформа и выдерживают при комнатной температуре в течение 24 ч для полного растворения липидов.

Перемешиванием смеси (например, на микроизмельчителе тканей) можно сократить срок экстракции до 1 ч.

При малом количестве пробы (менее 1 г), с содержанием жира не менее 100 мг, допускается растирание смеси с растворителем в ступке под тягой в течение 10—15 мин. Затем смесь фильтруют через бумажный фильтр. Из нижнего прозрачного хлороформного слоя отбирают аликвоту объемом 0,1—3,0 см^3 (объем аликвоты должен содержать около 10 мг жира) и переносят в колбочку или пробирку с притертой пробкой. Пробирку присоединяют к вакуумирующему устройству (например, роторному испарителю или вакуумному насосу) и упаривают смесь досуха при температуре 60 °С.

При очень низком содержании жира в образце его предварительно выделяют из пробы экстракцией органическим растворителем — хлороформом или гексаном по ГОСТ 23042 (метод Сокслета).

6.3 Метилирование

6.3.1 К полученному после упаривания жиру прибавляют 3 см^3 15 %-ного раствора ацетилхлорида в метаноле и выдерживают смесь на водяной бане при температуре 100 °С в течение 2 ч. В качестве реактора для метилирования используют пробирку с пришлифованным обратным холодильником или герметично запаянную ампулу. После окончания гидролиза жира и перевода образующихся жирных кислот в форму метилового эфира к охлажденной до комнатной температуры смеси пипеткой прибавляют 1,25 см^3 насыщенного в метаноле раствора гидроксида калия до значения pH 5,0—6,0, 3 см^3 насыщенного водного раствора хлорида натрия и 3 см^3 гексана. Смесь встряхивают и дают ей отстояться в течение 30 мин или центрифугируют до получения прозрачного верхнего слоя жидкости. 1 см^3 прозрачного верхнего гексанового раствора метиловых эфиров жирных кислот помещают в виалы для использования в газовом хроматографе.

6.3.2 При использовании животных жиров с низким кислотным числом метиловые эфиры жирных кислот можно получать по ГОСТ Р 51486 и ГОСТ Р 51483.

7 Проведение измерений

В соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа проводят его включение, устанавливая давление газа на входном манометре хроматографа 5 МПа. В соответствии с характеристиками хроматографа задают программируемый метод анализа. Для хроматографа с пламенно-ионизационным детектором и капиллярной колонкой[1)] выставляют параметры: повышение температуры колонки в термостате со 100 °С до 260 °С со скоростью 10 °С/мин; температура инжектора 250 °С, детектора 300 °С; поток водорода из генератора или от баллона — 35 см^3/мин; поток азота — 20 см^3/мин; деление потока 1:100; время анализа 30 мин; ввод 1 мм^3 пробы.

До измерения анализируемых проб проводят калибровку прибора. Для этого в хроматограф в автоматическом режиме в соответствии с заданной программой вводят 1 мм^3 стандартного раствора метиловых эфиров жирных кислот концентрацией 0,1 мг/см^3 в гексане или метаноле.

Для промывки шприца в автосамплере и очисти капиллярной колонки применяют последовательное введение этилового спирта, этилацетата, ацетонитрила и гексана.

[1)] Используется капиллярная колонка HP-Innowax 30 м × 0,32 мм × 0,5 мкм. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других средств измерений с аналогичными свойствами.

В таблицу автоматического обсчета результатов анализа вносят установленные значения времени выхода пиков для каждого вещества с отклонением ±0,2 мин. Калибровку проверяют и сверяют с ранее полученными калибровками ежедневно, а также после выполнения подряд более 10 анализов.

Для уточнения времени выхода пика для каждой жирной кислоты используют метод внутреннего стандарта. Для этого в раствор пробы вносят известную концентрацию метилового эфира конкретной жирной кислоты, превышающую в три — пять раз уровень ее содержания в пробе, и проводят хроматографирование, устанавливая время выхода нового более интенсивного пика, соответствующего времени выхода введенного эфира жирной кислоты.

Для анализа реальных составов жирных кислот животного происхождения необходимо учитывать, что высоты пиков основных компонентов животных жиров — пальмитиновой С16:0, стеариновой С18:0 и олеиновой С18:1n9c в несколько раз интенсивнее пиков остальных жирных кислот, что может приводить к потере слабых пиков на их фоне в случае сильно разбавленных растворов. Для анализа сомнительных проб проводят повторное хроматографирование, последовательно разбавляя подготовленные по 6.3.1 растворы в два, пять или 10 раз для предотвращения превышения на хроматограмме высоты пиков максимально допустимого значения сигнала. Разбавлением подбирают такую концентрацию эфиров жирных кислот, при которой мелкие пики программа рассчитывает автоматически.

Определение анализируемой пробы, полученной в соответствии с 6.3.1 или 6.3.2, проводят в автоматическом режиме по заданной программе, записывая хроматограмму.

8 Обработка результатов

8.1 Качественный анализ

Идентифицируют пики метиловых эфиров жирных кислот анализируемой пробы по хроматограммам стандартных растворов, подготовленных по 6.1.4, в автоматическом режиме в соответствии с заданной калибровкой.

8.2 Количественный анализ

8.2.1 Количественный анализ проводят, исходя из того, что общая площадь пиков всех компонентов анализируемой пробы составляет 100 %.

8.2.2 Массовую долю метилового эфира каждой жирной кислоты X_i, %, вычисляют по формуле

$$X_i = (A_i / \Sigma A_i) \quad 100, \tag{1}$$

где A_i — площадь пика метилового эфира отдельной жирной кислоты, усл. ед.;

ΣA_i — сумма площадей всех пиков метиловых эфиров жирных кислот, усл. ед.

Вычисление проводят автоматически с использованием компьютерной программы с точностью до второго десятичного знака, с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений массовой доли жирной кислоты, определенных по результатам автоматического расчета хроматограмм, полученным в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$(X_1 - X_2) \leq r, \tag{2}$$

где X_1 и X_2 — результаты параллельных измерений, % от суммы;

r — предел повторяемости, %.

9 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерений массовой доли или массовой концентрации, %	Граница интервала, в котором относительная погрешность находится с доверительной вероятностью P =0,95, δ, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %
Массовая доля жирной кислоты, % от суммы	До 0,5 включ.	30	22	34
	Св. 0,5 до 5,0 включ.	25	18	29
	Св. 5,0 до 98,0 включ.	12	8	14
Примечание — Нижний предел обнаружения жирных кислот животного происхождения методом газовой хроматографии определяется индивидуальной чувствительностью применяемого датчика. Для пламенно-ионизационного детектора он соответствует концентрации 0,01—0,1 мг/см^3 в анализируемом растворе (0,025 % жира) при минимальном содержании липидов в образце — 0,5 %. При содержании жира в образце менее 0,5 % необходимо применять концентрирование путем упаривания раствора.				

Границы интервалов, в которых относительная погрешность находится с доверительной вероятностью P = 0,95, при соблюдении условий, регламентированных настоящим стандартом, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

10 Точность метода

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.

11 Требования безопасности

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

11.2 Помещение, в котором проводят 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.

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

Приложение А
(справочное)

Хроматограмма стандартного раствора метиловых эфиров С6 — С24 жирных кислот

А.1 Хроматограмма стандартного раствора метиловых эфиров С6 — С24 жирных кислот приведена на рисунке А.1.

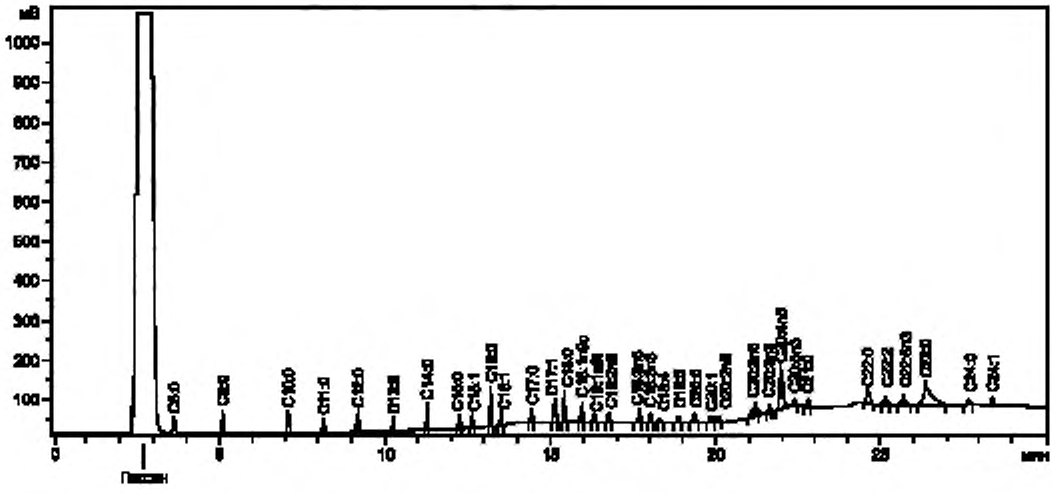

Рисунок А.1

Приложение Б
(справочное)

Пример хроматограммы метиловых эфиров жирных кислот свинины

Б.1 Пример хроматограммы метиловых эфиров жирных кислот свинины приведен на рисунке Б.1.

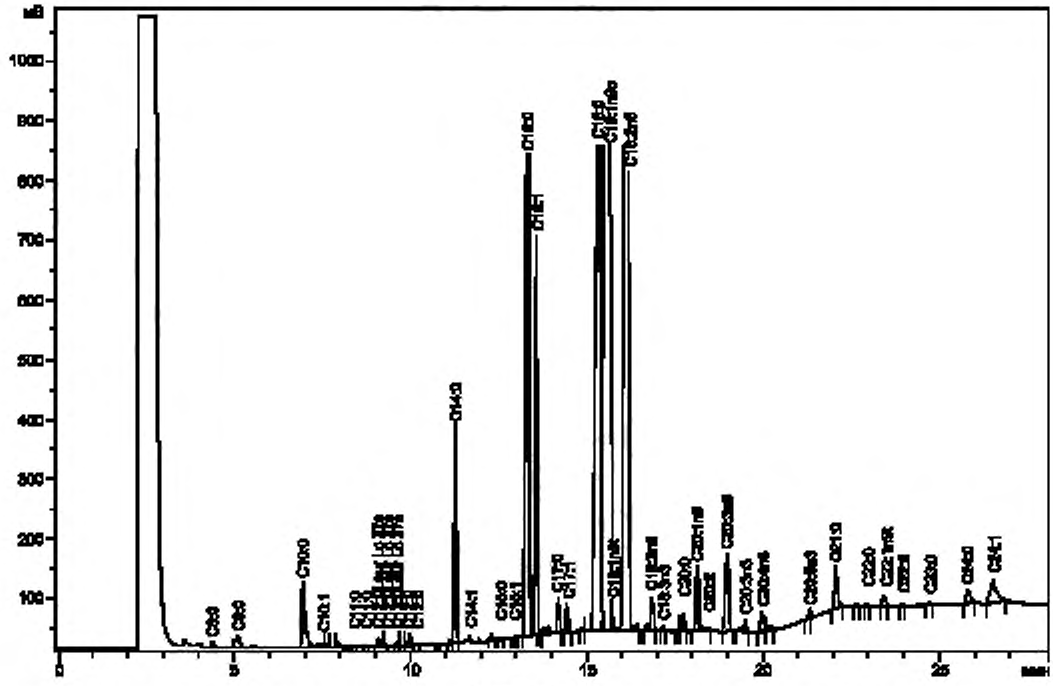

Рисунок Б.1

Приложение В
(справочное)

Жирно-кислотный состав животных жиров

В.1 Жирно-кислотный состав животных жиров приведен в таблице В.1.

Таблица В.1

В процентах

Наименование жирной кислоты	Баранина	Свинина	Говядина
Капроновая Caproic C 6:0	0,04—0,10	0,06—0,08	0,06—0,09
Каприловая Caprylic C 8:0	0,03—0,06	0,2—0,3	0,04—0,08
Каприновая Capric C10:0	0,09—0,16	0,10—0,18	0,10—0,16
Деценовая C10:1	0,2—0,3	0,03—0,07	0,08—0,12
Лауриновая Lauric C12:0	0,36—0,60	0,21—0,30	0,67—1,70
Тридекановая Tridecanoic C13:0	0,11—0,24	0,03—0,05	0,41—0,90
Миристиновая Myristic C14:0	2,28—3,14	0,8—1,4	3,10—3,45
Миристолеиновая Myristoleic C 14:1	0,32—0,59	0,05	0,2
Пентадекановая Pentadecanoic C15:0	0,39—0,64	0,04—0,08	0,07—0,13
цис-10-пентадеценовая *cis*-10-Pentadecenoic C15:1	0,40—0,77	0,02—0,04	0,08—0,14
Пальмитиновая Palmitic C16:0	22,0—26,03	25,4—27,0	24,60—26,25
Пальмитолеиновая Palmitoleic C16:1	2,60—4,21	1,9—2,9	2,9—3,0
Маргариновая Heptadecanoic C17:0	1,45—2,46	0,22—0,34	0,39—0,63
Гептадеценовая *cis*-10-heptadecenoic C17:1	0,53—0,98	0,13—0,15	0,9—1,1
Стеариновая Stearic C18:0	16,90—21,33	13,08—13,35	19,14—23,0
Олеиновая *cis*-9-octadecenoic C18:1	7,0—21,3	29,48—30,40	4,5—40,3
Элаидиновая (*транс*-9-октадеценовая) C18:1	0,1—1,2	0,20—2,76	0,3—1,3
Линолевая Linoleic C18:2n6	3,5—4,0	7,5—8,1	3,13—3,79
γ-Линоленовая *cis*-6,9,12-octadecatrienoic C18:3n6	0,24—0,46	0,78—1,29	0,37—0,47
α-Линоленовая *cis*-9,12,15-octadecatrienoic C18:3n3	0,41—0,68	0,55—0,64	0,20—0,39
Нондекановая C19:0	1,01—1,38	—	0,8
Гадолеиновая *cis*-11-eicosenoic C20:1n9	0,48—0,62	0,40—0,55	0,6—0,7
Арахиновая Eicosanoic C20:0	0,16—0,28	0,21—0,30	0,19
цис-11,14-эйкозадиеновая *cis*-11,14-eicosadienoic C20:2	0,06—0,09	0,15—0,28	0,07—0,10
цис-8,11,14-эйкозатриеновая *cis*-8,11,14-Eicosatrienoic C20:3n6	0,07—0,13	—	0,18—0,23
цис-11,14,17-эйкозатриеновая Cis-11,14,17-eicosatrienoic C20:3n3	0,03—0,06	—	0,05—0,18
Арахидоновая Arachidonic C20:4 n6	1,28—1,82	0,9	1,53—1,85

Окончание таблицы В.1

Наименование жирной кислоты	Баранина	Свинина	Говядина
Эйкозапентаеновая *cis*-5,8,11,14,17-Eicosapentaenoic C20:5 n3	0,04—0,08	0,03—0,09	0,57—0,85
Генэйкозановая Heneicosanoic C21:0	0,03—0,07	—	0,03
Бегеновая Behenic C22:0	0,3	0,1	0,1
Эруковая Erucic C22:1n9	0,1—0,2	0,88	0,05
Докозапентаеновая *cis*-5,8,11,14,17-eicosapentaienoic C22:5n3	0,03	0,04	0,03
Докозагексаеновая *cis*-4,7,10,13,16,19-Docosahexaenoic C22:6n3	0,22—0,40	0,24	0,1—0,4
Лигноцериновая Lignoceric C24:0	0,4—1,7	0,9—1,1	3,7—5,5
Тетракозеновая *cis*-15-tetracosenoic C24:1	0,20—0,38	0,06—0,18	0,06—0,14

Библиография

[1] Стандартный раствор смеси метиловых эфиров С6 — С24 жирных кислот, Supelco, № 47885U

УДК 637.5.04/07:006.354 ОКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, испытание, жирно-кислотный состав, метод газовой хроматографии

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 02.11.2019. Подписано в печать 13.11.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru