ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55810— 2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения тиобарбитурового числа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт 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 22 ноября 2013 г. № 1711-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 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, 2018, 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

Метод определения тиобарбитурового числа

Meat and meat products. Method for determination of tiobarbituric acid reactive assay

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, жир-сырец, мясные и мясосодержащие продукты, в том числе полуфабрикаты и продукты из шпика, и устанавливает фотометрический метод определения тиобарбитурового числа.

Диапазон измерения тиобарбитурового числа 0,039—2,000 мг малонового альдегида (МА) на 1 кг продукта.

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 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 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 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. 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 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 20903 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования

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

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

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

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

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

Издание официальное

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

ГОСТ Р 51447 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

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

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 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **тиобарбитуровое число,** ТБЧ: Физическая величина, равная массе малонового альдегида (МА) в миллиграммах, содержащейся в 1 кг продукта, характеризующая окисление ненасыщенных жирных кислот мяса.

4 Сущность метода

Метод основан на реакции тиобарбитуровой кислоты с малоновым альдегидом, образующимся при окислении ненасыщенных жирных кислот, содержащихся в мясе, и на последующем измерении абсорбции образовавшейся окраски на спектрофотометре.

5 Отбор и подготовка проб

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

5.2 Пробу мяса, мясных и мясосодержащих продуктов, жира-сырца и шпика измельчают, дважды пропуская через мясорубку с диаметром отверстий решетки от 2 до 3 мм, и тщательно перемешивают.

5.3 Пробу помещают в стеклянную или полимерную емкость вместимостью 200—400 $см^3$ и плотно закрывают крышкой.

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

6 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (535 ± 10) нм, или фотоэлектрический калориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (535 ± 10) нм.

Кюветы стеклянные по ГОСТ 20903 с расстоянием между рабочими гранями 10 мм.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности не более ± 0,06 мг.

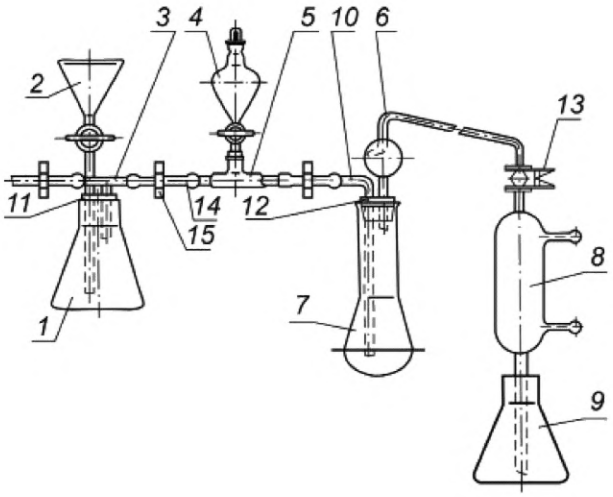
Холодильник по ГОСТ 26678.

Стеклянная или полимерная емкость с плотно закрывающейся крышкой.

Аппарат Кьельдаля* для дистилляционной отгонки (см. рисунок 1).

---

* Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможности использования другой аппаратуры с аналогичными свойствами.



1 — коническая колба вместимостью 500 см^3; *2* — воронка с краном; *3* — Т-образная трубка; *4* — делительная воронка вместимостью 100 см^3; *5* — переходник; *6* — каплеуловитель; *7* — колба Кьельдаля вместимостью 250 см^3; *8* — шариковый холодильник; *9* — приемная мерная колба вместимостью 50 см^3; *10* — изогнутая трубка; *11, 12* — резиновые пробки; *13, 15* — зажим; *14* — резиновые трубки

Рисунок 1 — Аппарат Кьельдаля для дистилляционной отгонки

Пипетки 1—1—1—5 по ГОСТ 29227.

Пробирки П4-20—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50—1 по ГОСТ 1770.

Секундомер, 2 класса точности.

Ступка 2 по ГОСТ 9147.

Пестик 1 по ГОСТ 9147.

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

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770, откалиброванные на наливной объем.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор молярной концентрации *c* (HCl) = 3 моль/дм^3.

Кислота тиобарбитуровая, ч. д. а., с массовой долей основного вещества не менее 99 %, раствор молярной концентрации *c* ($C_4H_4N_2O_2S$) = 0,02 моль/дм^3.

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

7 Подготовка к испытанию

7.1 Приготовление растворов

7.1.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации *c* (HCl) = 3 моль/дм^3

27 см^3 соляной кислоты (ρ = 1,174 г/см^3) осторожно при постоянном перемешивании вливают в дистиллированную воду в мерной колбе вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709.

7.1.2 Раствор тиобарбитуровой кислоты молярной концентрации *c* ($C_4H_4N_2O_2S$) = 0,02 моль/дм^3

0,288 г тиобарбитуровой кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 и растворяют в ледяной уксусной кислоте по ГОСТ 61. Для этого колбу заполняют на 2/3 объема ледяной уксусной кислотой, содержимое слегка нагревают на водяной бане и перемешивают. После растворения тиобарбитуровой кислоты объем жидкости в колбе доводят до метки ледяной уксусной кислотой и перемешивают.

Приготовленный раствор тиобарбитуровой кислоты годен в течение 1 сут.

7.2 Подготовка пробы

7.2.1 50 г пробы, подготовленной по 5.2, помещают в фарфоровую ступку по ГОСТ 9147, цилиндром по ГОСТ 1770 отмеряют 50 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709, добавляют в ступку и тщательно растирают смесь пестиком по ГОСТ 9147 до однородного состояния.

7.2.2 Подготовленную пробу количественно переносят в колбу Кьельдаля, смывая 47,5 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709 остатки из ступки, добавляют 2,5 см^3 раствора соляной кислоты по ГОСТ 3118.

Аппарат Кьельдаля собирают, как показано на рисунке 1.

Производят дистилляционную отгонку, собирая в мерную колбу по ГОСТ 1770 50 см^3 дистиллята.

8 Проведение испытаний

5 см^3 дистиллята помещают в пробирку по ГОСТ 25336, добавляют 5 см^3 раствора тиобарбитуровой кислоты, закрывают притертой пробкой, перемешивают и ставят на кипящую водяную баню на 35 мин, засекая время по секундомеру.

Одновременно проводят контрольный опыт, используя вместо дистиллята 5 см^3 дистиллированной воды.

Затем растворы охлаждают в проточной холодной воде в течение 10 мин, засекая время по секундомеру, и измеряют оптическую плотность при длине волны (535 ± 10) нм относительно контрольного раствора.

9 Обработка результатов

9.1 Тиобарбитуровое число X, мг МА/кг продукта, вычисляют по формуле

$$X = Д \cdot 7{,}8, \qquad (1)$$

где $Д$ — оптическая плотность раствора;

7,8 — коэффициент пропорциональной зависимости плотности МА от его концентрации в растворе.

Данный коэффициент является постоянной величиной.

9.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до третьего десятичного знака.

10 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Наименование показателя	Показатели точности			
	Диапазон измерений, мг МА/кг продукта	Границы относительной погрешности ± δ^*, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %
Тиобарбитуровое число	От 0,039 до 0,500 включ.	10	7	14
	Свыше 0,500 до 2,000 включ.	7	5	10

10.2 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.

Результат анализа при доверительной вероятности P = 0,95 представляют в виде

$$|x_1 - x_2| \le r \cdot 0{,}01\bar{X}, \quad (2)$$

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, мг МА/кг;

r — предел повторяемости, %;

$\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг МА/кг.

10.3 Расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R, значения которого приведены в таблице 1.

Результат анализа при доверительной вероятности P = 0,95 представляют в виде

$$|X_1 - X_2| \le R \cdot 0{,}01\bar{X}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг МА/кг;

R — предел воспроизводимости, %;

$\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, выполненных в условиях воспроизводимости, мг МА/кг.

10.4 Границы интервалов, в которых относительная погрешность δ находится с доверительной вероятностью P = 0,95, при соблюдении условий настоящего стандарта не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

11 Контроль точности результатов измерений

Точность метода была установлена при межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3).

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 (пункт 5.3).

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 проводят измерения, должно быть оборудовано 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 Р 12.1.019.

УДК 637.5.04/07:006.034 ОКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, мясосодержащие продукты, тиобарбитуровое число, малоновый альдегид, испытание, окисление

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Н.М. Кузнецовой*

Сдано в набор 17.10.2019. Подписано в печать 27.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

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