МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32740— 2014

ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЯИЦ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПТИЦЫ

Определение содержания липидного фосфора колориметрическим методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

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 Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом птицеперерабатывающей промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПП Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2014 г. № 67-П)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 июня 2014 г. № 674-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32740—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЯИЦ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПТИЦЫ

Определение содержания липидного фосфора колориметрическим методом

Foodstuffs of processed poultry eggs. Determination of lipid phosphorus content by colorimetric method

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на жидкие и сухие яичные продукты, включая ферментированные (яичный желток, яичный меланж), а также на сухой яичный желток с добавками соли и/или гидроколлоидов и устанавливает метод определения в этих продуктах содержания липидного фосфора. Результат измерений содержания липидного фосфора выражают в г/кг (промилле, ‰) в пересчете на сухое вещество или в виде массовой доли, %, условного сухого чистого желтка в пробе в пересчете на сухое вещество.

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

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9336 Реактивы. Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

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

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

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 31469 Пищевые продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы. Методы физико-химического анализа

ГОСТ 31720 Пищевые продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы. Методы отбора проб и органолептического анализа

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 применены термины, действующие на территории государства, принявшего стандарт**, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **липидный фосфор:** Фосфор, содержащийся в липидах, экстрагированных из яичных продуктов в соответствии с процедурой, установленной в настоящем стандарте.

3.2 **условный чистый желток:** Содержимое яичного желтка в свежем яйце после полного отделения яичного белка, мембран и халазы, характеризующееся усредненными для данного вида яиц птицы показателями химического состава, в том числе усредненным содержанием липидного фосфора в пересчете на сухое вещество.

4 Определение содержания липидного фосфора колориметрическим методом

4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстрагировании липидов из пробы смесью этиловый спирт-хлороформ, сухой минерализации высушенного экстракта в присутствии щелочи, количественном определении фосфора в подкисленном растворе минерализата с помощью образования окрашенного в желтый цвет молибдат-ванадат-фосфатного комплекса и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 436 нм.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53276—2009.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52943—2008 «Птицеперерабатывающая промышленность. Продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы пищевые. Термины и определения».

4.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, изучившие инструкцию по эксплуатации используемого оборудования и средств измерений и прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие методику определения содержания липидного фосфора в процессе обучения и получившие удовлетворительные результаты при оперативном контроле процедуры измерения.

4.3 Требования безопасности

4.3.1 При подготовке и проведении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, правила пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004. При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

4.3.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу с концентрированной соляной кислотой и хлороформом необходимо проводить в вытяжном шкафу.

4.3.3 Все работы по выпариванию растворителей и высушиванию пробы следует проводить в вытяжном шкафу. Используемые для этого электроплитки должны быть оборудованы закрытой нагревательной спиралью, покрытой асбестовым полотном.

4.4 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений температура и относительная влажность в лабораторном помещении, напряжение и частота переменного тока питающей электросети не должны выходить за предельные значения, приведенные в технических инструкциях на средства измерений и оборудование, указанные в 4.5.

4.5 Средства измерений, аппаратура, реактивы и материалы

Спектрофотометр, позволяющий проводить измерения оптической плотности при длине волны 436 нм с допустимой абсолютной погрешностью при измерении коэффициента пропускания не более ±1 %, или фотоэлектроколориметр, позволяющий проводить измерения оптической плотности при длине волны $\lambda_{макс}$ = (440 ± 5) нм с допустимой абсолютной погрешностью при измерении коэффициента пропускания не более ±1 %.

Кварцевые кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Весы лабораторные I класса точности с действительной ценой деления шкалы 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры (500 ± 20) °С.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Секундомер.

Воронки В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1-50-1, 1-100-1, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29228.

Пипетки с одной отметкой 1-1-1, 1-1-2, 2-1-5, 2-1-10, 2-1-25, 2-1-50 по ГОСТ 29169.

Цилиндры мерные 1-10-1, 1-25-1 и 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Стаканы химические В-1-50 ХС, Н-1-150 ТХС, В-1-500 ТСХ и В-1-1000ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы кварцевые НН-50 по ГОСТ 19908 или фарфоровые стаканы 3 по ГОСТ 9147.

Палочки стеклянные.

Ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый «экстра» по ГОСТ 18300.

Хлороформ по ГОСТ 20015, х. ч., стабилизированный этиловым спиртом.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

Аммоний ванадиевокислый мета (метаванадат аммония, NH_4VO_3) по ГОСТ 9336, ч. д. а.

Аммоний молибденовокислый (молибдат аммония, $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$) по ГОСТ 3765, х. ч.

Бумага фильтровальная быстрофильтрующая по ГОСТ 12026.

Бумага фильтровальная обеззоленная тип I или II по ГОСТ 12026.

Вата хлопковая.

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

4.6 Подготовка к проведению измерений

4.6.1 Отбор проб и подготовка их к испытаниям — по ГОСТ 31720.

4.6.1.1 Подготовка проб охлажденных жидких яичных продуктов

Представительная проба жидкого яичного меланжа или желтка должна быть массой не менее 500 г. Пробы до проведения испытаний хранят в плотно закрытой стеклянной посуде в холодильнике не более двух суток. Замораживание охлажденных жидких яичных продуктов не допускается. Перед проведением испытаний пробу тщательно перемешивают, не допуская образования пены.

4.6.1.2 Подготовка проб замороженных жидких яичных продуктов

Представительная проба замороженного яичного меланжа или желтка должна быть массой не менее 500 г. Перед проведением испытаний замороженные яичные продукты размораживают при комнатной температуре или на водяной бане при температуре не выше 50 °С и тщательно перемешивают до образования однородной массы, не допуская образования пены.

4.6.1.3 Подготовка проб сухих яичных продуктов

Представительная проба сухого яичного продукта или сухого яичного желтка с добавками соли и/или гидроколлоидов должна быть массой не менее 150 г. Сухие яичные продукты хранят в плотно закрытых пакетах или стеклянной емкости и перед проведением испытаний слегка растирают пестиком для разбивания комков и тщательно перемешивают.

4.6.2 Приготовление разбавленной серной кислоты (1:9)

Один объем концентрированной серной кислоты и девять объемов дистиллированной воды смешивают в термостойком стакане по ГОСТ 25336, осторожно вливая кислоту в воду и перемешивая, охлаждают до комнатной температуры.

Срок хранения раствора — не более 12 мес при комнатной температуре.

4.6.3 Приготовление разбавленной соляной кислоты (1:1)

Равные объемы концентрированной соляной кислоты и дистиллированной воды смешивают в термостойком стакане по ГОСТ 25336, осторожно вливая кислоту в воду и перемешивая, охлаждают до комнатной температуры.

Срок хранения раствора — не более 12 мес.

4.6.4 Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 27—30 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 по ГОСТ 25336, содержащую примерно 500 см^3 дистиллированной воды, вносят 67,4 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 12 мес при комнатной температуре.

4.6.5 Приготовление спиртового раствора гидроокиси натрия

В термостойкой посуде по ГОСТ 25336 смешивают (100 ± 1) г гидроокиси натрия и 100 см^3 дистиллированной воды. После охлаждения смесь выдерживают в плотно укупоренной посуде до прозрачного состояния раствора (5 см^3 этого раствора содержат примерно 4 г гидроокиси натрия). В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят 50 см^3 полученного раствора гидроокиси натрия и 900 см^3 этилового спирта, перемешивают и доводят объем до метки этиловым спиртом.

Раствор хранят в плотно укупоренной полиэтиленовой посуде.

Срок хранения — не более 2 мес при комнатной температуре. При изменении окраски до истечения этого срока готовят новый раствор.

4.6.6 Приготовление раствора ванадиевокислого аммония массовой концентрацией 2,5 г/дм^3 (раствор А)

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 по ГОСТ 25336 помещают 2,50 г метаванадата аммония (результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака) и растворяют в 500 см^3 кипящей дистиллированной воды. После охлаждения раствора до комнатной температуры в него добавляют 20 см^3 концентрированной азотной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до 1 дм^3 дистиллированной водой.

Срок хранения раствора — не более 12 мес при комнатной температуре.

4.6.7 Приготовление раствора молибденовокислого аммония массовой концентрацией 100 г/дм^3 (раствор Б)

В стакан вместимостью 1 дм^3 по ГОСТ 25336 вносят 100 г молибдата аммония и растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды, подогретой до температуры 50 °С. После охлаждения раствора до комнатной температуры в него осторожно добавляют при постоянном перемешивании стеклянной палочкой 100 см^3 концентрированной серной кислоты. Перемешивание продолжают до достижения раствором комнатной температуры. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят объем раствора до 1 дм^3 дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 12 мес при комнатной температуре.

4.6.8 Приготовление молибден-ванадиевого реактива

Реактив готовят смешиванием равных объемов растворов А (см. 4.6.6) и Б (см. 4.6.7).

Срок хранения раствора — не более 1 мес при комнатной температуре.

4.6.9 Приготовление основного раствора фосфора массовой концентрацией 1 г/дм^3

Раствор готовят по ГОСТ 4212 растворением калия фосфорнокислого однозамещенного в дистиллированной воде. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Срок хранения раствора — не более 2 мес при комнатной температуре.

4.6.10 Приготовление рабочего раствора фосфора массовой концентрацией 0,1 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336 вносят 5 см^3 основного раствора фосфора (см. 4.6.9), доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Рабочий раствор фосфора готовят в день построения градуировочного графика.

4.6.11 Приготовление смеси этанол-хлороформ (1:1)

Смешивают равные объемы этилового спирта и хлороформа, перемешивают.

Срок хранения — не более 6 мес при комнатной температуре.

4.6.12 Экстракция липидов из яичных продуктов

4.6.12.1 Жидкие яичные продукты

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336 взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака 2,5—3,0 г жидкого яичного желтка или 5—6 г жидкого яичного меланжа, приготовленных по 4.6.1.1 или 4.6.1.2. Затем осторожно (по каплям) добавляют примерно 25 см^3 смеси этанол-хлороформ (см. 4.6.11) при постоянном встряхивании до максимальной коагуляции и диспергирования белков. Добавляют еще 60—65 см^3 смеси этанол-хлороформ (см. 4.6.11) и оставляют на 1 ч, встряхивая содержимое колбы каждые 10 мин. Доводят объем до метки смесью этанол-хлороформ (см. 4.6.11), закрывают пробкой, перемешивают содержимое колбы и выдерживают до образования прозрачного раствора.

4.6.12.2 Сухие яичные продукты и сухой яичный желток с добавками соли и/или гидроколлоидов

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336 взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака 2—3 г сухого яичного желтка, сухого яичного меланжа или сухого яичного желтка с добавками соли и/или гидроколлоидов, приготовленных по 4.6.1.3. Добавляют 85—90 см^3 смеси этанол-хлороформ (см. 4.6.11) и оставляют на 1 ч, встряхивая содержимое колбы каждые 5 мин. Доводят объем до метки смесью этанол-хлороформ (см. 4.6.11), закрывают пробкой, перемешивают содержимое колбы и выдерживают до образования прозрачного раствора.

4.6.12.3 С помощью пипетки отбирают 50 см^3 прозрачного экстракта, полученного по 4.6.12.1 или 4.6.12.2, и переносят в стакан вместимостью 150 см^3. Если после отстаивания в растворе остаются взвешенные частицы, то отобранную аликвоту раствора переносят в стакан через воронку, в носик которой вставлен тампон из хлопковой ваты. Затем воронку вместе с тампоном промывают примерно 5 см^3 смеси этанол-хлороформ (см. 4.6.11), добавляя смывы в стакан. Стакан накрывают кружком обеззоленной фильтровальной бумаги, помещают в водяную баню и выпаривают до объема 1—3 см^3.

4.6.13 Минерализация экстрагированных липидов

4.6.13.1 Экстрагированные по 4.6.12 липиды количественно переносят в кварцевый стакан вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336 (вместо кварцевого стакана можно использовать фарфоровый стакан). Стакан вместимостью 150 $см^3$ промывают небольшими порциями хлороформа, добавляя смывы в кварцевый стакан (общий объем используемого хлороформа — 15 $см^3$). Кварцевый стакан накрывают кружком обеззоленной фильтровальной бумаги, использованной при выпаривании экстракта (см. 4.6.12.3), и выпаривают хлороформ на электроплитке при слабом нагреве до объема 2—3 $см^3$.

Если хлороформ выпарился досуха, то после окончания выпаривания добавляют 2 $см^3$ хлороформа.

4.6.13.2 В кварцевый стакан с липидами и остатком хлороформа добавляют 15 $см^3$ спиртового раствора гидроокиси натрия (см. 4.6.5), накрывают кружком фильтровальной бумаги (см. 4.6.12.3, 4.6.13.1) и высушивают досуха на электроплитке при слабом нагреве. Затем кружок фильтровальной бумаги разрезают на мелкие кусочки, помещают их в кварцевый стакан, равномерно покрывая сухой остаток, увеличивают нагрев и выдерживают на электроплитке до прекращения выделения дыма. Еще горячий кварцевый стакан помещают в муфельную печь, нагретую до температуры примерно 350 °С, и выдерживают при этой температуре в течение (30 ± 2) мин. Затем повышают температуру муфельной печи до температуры (500 ± 20) °С и выдерживают при этой температуре (70 ± 10) мин. После охлаждения до комнатной температуры в кварцевый стакан добавляют 1—2 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают содержимое стеклянной палочкой, разбивая комки золы черного цвета. Затем осторожно (по каплям) добавляют 5 $см^3$ разбавленной соляной кислоты (см. 4.6.3), перемешивают стеклянной палочкой и нагревают смесь вместе со стеклянной палочкой на электроплитке при слабом нагреве до закипания раствора. В еще горячий кварцевый стакан добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты массовой концентрации 27—30 $г/дм^3$ (см. 4.6.4) и продолжают нагревать на электроплитке 5—10 мин, постоянно перемешивая содержимое стеклянной палочкой и не допуская вскипания раствора. После охлаждения до комнатной температуры содержимое кварцевого стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, фильтруя через складчатый фильтр, вставленный в небольшую воронку (фильтр готовят из кружка быстрофильтрующей фильтровальной бумаги диаметром примерно 4 см). Кварцевый стакан, стеклянную палочку, складчатый фильтр и воронку промывают 15 $см^3$ раствора соляной кислоты массовой концентрацией 27—30 $г/дм^3$ (см. 4.6.4), добавляя смывы в мерную колбу, и доводят объем до метки этим раствором.

4.6.13.3 Параллельно готовят по 4.6.13.2 холостую пробу, в качестве которой используют 15 $см^3$ хлороформа, добавляемого в кварцевый стакан вместо раствора липидов в хлороформе.

4.6.14 Построение градуировочного графика

4.6.14.1 В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят 1, 2, 3, 4, 5, 6 и 7 $см^3$ рабочего раствора фосфора (см. 4.6.10) (соответственно 100, 200, 300, 400, 500, 600 и 700 мкг фосфора).

4.6.14.2 В каждую колбу добавляют дистиллированную воду до объема 10 $см^3$, 10 $см^3$ разбавленной серной кислоты (см. 4.6.2), 10 $см^3$ молибден-ванадиевого реактива (см. 4.6.8), доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. Выдерживают раствор в течение (30 ± 5) мин при комнатной температуре 20 °С — 30 °С и измеряют его оптическую плотность D в кюветах с толщиной поглощающего слоя 1 см на спектрофотометре при длине волны 436 нм или на фотоэлектроколориметре с использованием светофильтра $\lambda_{макс}$ = (440 ± 5) нм.

4.6.14.3 Параллельно измеряют оптическую плотность $D1$ контрольного раствора, приготовленного по 4.6.14.2 без добавления рабочего раствора фосфора.

4.6.14.4 Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс добавленные в колбы массы фосфора, мкг (см. 4.6.14.1), на оси ординат — соответствующие им измеренные значения оптической плотности с поправкой на контрольный раствор $(D—D1)$.

4.6.14.5 Анализ пробы и построение градуировочного графика проводят при одинаковых настройках спектрофотометра или фотоэлектроколориметра.

4.6.14.6 Контроль стабильности градуировочной зависимости проводят периодически, но не реже одного раза в два месяца, а также при приготовлении новых растворов ванадиевокислого (раствор А, см. 4.6.6) и/или молибденовокислого аммония (раствор Б, см. 4.6.7). Контроль проводят по свежеприготовленному градуировочному раствору (см. 4.6.14.1), содержащему 700 мкг фосфора: измеряют оптическую плотность приготовленного раствора и по проверяемому градуировочному графику определяют содержание фосфора. Если отклонение измеренного содержания фосфора от фактического превышает 2 %, то строят новый градуировочный график.

4.7 Проведение измерения

4.7.1 В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят аликвоты по 4 см^3 раствора минерализата экстрагированных липидов и раствора холостой пробы, приготовленных соответственно по 4.6.13.2 и 4.6.13.3. Далее поступают по 4.6.14.2. По величине оптической плотности раствора минерализата экстрагированных липидов с коррекцией на холостую пробу с помощью градуировочного графика (см. 4.6.14) находят массу фосфора m, содержащуюся в аликвотном объеме раствора минерализата экстрагированных липидов.

4.7.2 Величина оптической плотности D при анализе раствора минерализата экстрагированных липидов должна находиться в пределах 0,1—0,8. При необходимости увеличивают (не более чем до 8 см^3) или уменьшают аликвотный объем раствора минерализата (см. 4.7.1) и/или увеличивают или уменьшают массу пробы, взятой для анализа.

4.8 Обработка результатов

4.8.1 Содержание липидного фосфора X в пересчете на сухое вещество, ‰, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V_1 \cdot V_2}{M \cdot V_3 \cdot V_4 \cdot 1000} \cdot \frac{100}{P}, \quad (1)$$

где m — масса липидного фосфора в аликвотном объеме раствора минерализата экстрагированных липидов, определенная с помощью градуировочного графика по 4.6.14.4, мкг;

V_1 — общий объем смеси этанол-хлороформ и пробы при экстракции липидов (см. 4.6.12.1, 4.6.12.2), см^3;

V_2 — объем раствора минерализата экстрагированных липидов в растворе соляной кислоты массовой концентрацией 27—30 г/дм^3 (см. 4.6.13.2), см^3;

100 — коэффициент пересчета массовой доли сухих веществ пробы в процентах в относительные единицы;

M — масса пробы, взятая для анализа, г;

V_3 — объем этанол-хлороформного экстракта, взятый для последующего выпаривания и минерализации экстрагированных липидов (см. 4.6.12.3), см^3;

V_4 — аликвотный объем раствора минерализата экстрагированных липидов в соляной кислоте массовой концентрацией 27—30 г/дм^3, взятый для проведения цветной реакции с молибден-ванадиевым реактивом (см. 4.7.1.1), см^3;

1000 — коэффициент пересчета микрограммов в миллиграммы;

P — массовая доля сухих веществ в пробе, %, измеренная по ГОСТ 31469.

4.8.2 Массовую долю Y, %, условного сухого чистого желтка в пробе в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$Y = \frac{100 \cdot X}{X_0}, \quad (2)$$

где 100 — коэффициент пересчета в проценты;

X — содержание липидного фосфора в пересчете на сухое вещество, ‰;

X_0 — коэффициент пересчета содержания липидного фосфора в промилле в массовую долю условного сухого чистого желтка, ‰:

X_0 = 8,58 ‰ — для жидких яичных продуктов из куриных яиц;

X_0 = 7,73 ‰ — для сухих яичных продуктов из куриных яиц и сухого желтка из куриных яиц с добавками соли и/или гидроколлоидов.

Примечание — Коэффициент пересчета X_0 соответствует содержанию липидного фосфора в условном жидком чистом желтке в пересчете на сухое вещество (для жидких яичных продуктов) или в условном сухом чистом желтке (для сухих яичных продуктов).

4.8.3 За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов определений, выполненных в условиях повторяемости для двух идентичных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — результаты определений содержания липидного фосфора в пересчете на сухое вещество для двух идентичных проб, ‰;

r — предел повторяемости при $P = 0,95$, ‰ (см. 4.10, таблица 1).

4.8.4 Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования и реактивов, должно удовлетворять следующему условию приемлемости:

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{0,95}, \quad (4)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — среднеарифметические значения результатов определений содержания липидного фосфора в пересчете на сухое вещество, полученных в двух разных лабораториях (по два определения в каждой лаборатории), ‰;

$CD_{0,95}$ — критическая разность при $P = 0,95$, $n_1 = n_2 = 2$ (см. 4.10, таблица 1), ‰ (n — количество измерений идентичных проб).

4.8.5 При выражении результатов в пересчете на массовую долю условного сухого чистого желтка оперативный контроль определения проводят по формулам (3) и (4) с использованием значений r и $CD_{0,95}$, указанных в 4.10 (таблица 2).

4.9 Оформление результатов

Результат измерений представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \quad (5)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений содержания липидного фосфора, ‰, или массовой доли условного сухого чистого желтка в пересчете на сухое вещество, %, признанных приемлемыми по формуле (3);

Δ — границы абсолютной погрешности при $P = 0,95$, ‰ (см. 4.10, таблица 1) или % (см. 4.10, таблица 2).

Среднеарифметическое значение $\overline{X}$ округляют до цифры того же разряда, что и последняя значащая цифра границы абсолютной погрешности Δ.

4.10 Точность метода

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 — Метрологические характеристики методики определения содержания липидного фосфора

Диапазон измерений содержания липидного фосфора в пересчете на сухое вещество, ‰	Границы абсолютной погрешности ± Δ, мг/100 г (P = 0,95)	Предел повторяемости r, мг/100 г (n = 2, P = 0,95)	Критическая разность $CD_{0,95}$, мг/100 г ($n_1 = n_2 = 2$, P = 0,95)
Жидкие и сухие яичные продукты (меланж, желток)			
От 5,0 до 9,0 включ.	0,45	0,30	0,56
Сухой яичный желток с добавками соли и/или гидроколлоидов			
От 5,0 до 8,0 включ.	0,30	0,20	0,38

Таблица 2 — Метрологические характеристики методики определения содержания липидного фосфора в пересчете на сухой чистый желток (только для яичных продуктов из куриных яиц)

Диапазон измерений содержания липидного фосфора в пересчете на массовую долю условного сухого чистого желтка, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, % (P = 0,95)	Предел повторяемости r, % (n = 2,P = 0,95)	Критическая разность $CD_{0,95}$, % ($n_1 = n_2 = 2$, P = 0,95)
Жидкие яичные продукты (меланж, желток)			
От 47,0 до 105,0 включ.	5,3	3,5	6,6
Сухие яичные продукты (меланж, желток)			
От 51,0 до 120,0 включ.	6,0	4,0	7,4
Сухой яичный желток с добавками соли и/или гидроколлоидов			
От 55,0 до 106,0 включ.	4,0	2,7	5,0

УДК 637.4.04:006.354 МКС 67.120.20

Ключевые слова: жидкие и сухие яичные продукты, яичный меланж, яичный желток, яичный желток с добавками, массовая доля липидного фосфора, массовая доля условного чистого сухого желтка, колориметрический метод

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 25.11.2019. Подписано в печать 15.12.2019. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.

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