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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
5668—
2022**

ИЗДЕЛИЯ ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ

Методы определения массовой доли жира

Издание официальное

**Москва
Российский институт стандартизации
2022**

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 Федеральным государственным автономным научным учреждением «Научно-исследовательский институт хлебопекарной промышленности» (ФГАНУ НИИХП)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 003 «Хлебобулочные и макаронные изделия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 8 июня 2022 г. № 152-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июня 2022 г. № 530-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5668—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 5668—68

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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 Термины и определения 3
4 Условия проведения измерений 3
5 Требования безопасности 3
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Экстракционно-гравиметрический метод с предварительным гидролизом навески 5
8 Экстракционно-гравиметрический метод с предварительным гидролизом навески (метод Вейбулла-Бернтропа) 7
9 Рефрактометрический метод (ускоренный) 11
10 Бутирометрический метод (ускоренный) 17
11 Метод спектрометрии в ближней инфракрасной области (БИК-метод) 20
12 Контроль погрешности результатов измерений 21
Библиография 23

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

ИЗДЕЛИЯ ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ

Методы определения массовой доли жира

Bakery products.
Methods for determination of fat content

Дата введения — 2023—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на хлебобулочные изделия, в том числе специализированные, и устанавливает экстракционно-гравиметрические, рефрактометрический, бутирометрический методы и метод спектрометрии в ближней инфракрасной области (БИК-метод) определения массовой доли жира.

В случае возникновения разногласий применяют экстракционно-гравиметрический метод с предварительным гидролизом навески.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 686 Сухари армейские. Технические условия

Издание официальное

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 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3900—85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5667 Хлеб и хлебобулочные изделия. Правила приемки, методы отбора образцов, методы определения органолептических показателей и массы изделий

ГОСТ 5830 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7128 Изделия хлебобулочные бараночные. Технические условия

ГОСТ 8494 Сухари сдобные пшеничные. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9846 Хлебцы хрустящие. Технические условия

ГОСТ 11270 Изделия хлебобулочные. Соломка. Общие технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 21094 Хлеб и хлебобулочные изделия. Метод определения влажности

ГОСТ 22524 Пикнометры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 23094 Жиромеры стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

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

ГОСТ 32677 Изделия хлебобулочные. Термины и определения

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru 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.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1]—[3] и ГОСТ 32677, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля жира в хлебобулочных изделиях:** Массовая доля жира, определенная в соответствии с методами, изложенными в настоящем стандарте, и выраженная в процентах в пересчете на 100 г целого изделия или на сухие вещества мякиша изделия.

4 Условия проведения измерений

4.1 При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 85 %.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

4.2 К выполнению и обработке результатов измерений допускаются лица, имеющие профессиональное образование, освоившие настоящую методику, прошедшие обучение работе с приборами и соответствующий инструктаж по технике безопасности.

5 Требования безопасности

5.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

5.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и по ГОСТ 12.1.019.

5.4 Организация обучения персонала безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

5.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.6 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб хлебобулочных изделий — по ГОСТ 5667.

6.1.2 Отбор проб бараночных изделий — по ГОСТ 7128.

6.1.3 Отбор проб сдобных пшеничных сухарей — по ГОСТ 8494.

6.1.4 Отбор проб армейских сухарей — по ГОСТ 686.

6.1.5 Отбор проб хрустящих хлебцев — по ГОСТ 9846.

6.1.6 Отбор проб соломки, хлебных палочек — по ГОСТ 11270.

6.2 Оборудование, применяемое для пробоподготовки

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Измельчитель ножевой электрический.

Ступка 4 (5) по ГОСТ 9147.

Доска разделочная.

Нож.

Терка.

Шпатель.

6.3 Подготовка проб мякиша

6.3.1 Пробы мякиша используют для определения массовой доли жира как показателя качества на соответствие требованиям документов по стандартизации и/или нормативных документов, в соответствии с которыми производятся и могут быть идентифицированы изделия.

В изделиях, у которых мякиш отграничен и легко отделяется от корки (булки, халы, сдобы, за исключением слойки), анализируют только мякиш. В остальных изделиях (баранки, сухари, хлебцы, соломки, хлебные палочки, слойки) анализируют образец с коркой. Масса выделенной пробы должна быть не менее 40 г.

6.3.2 При подготовке к проведению измерений штучных хлебобулочных изделий массой менее 0,2 кг берут целые изделия, с которых срезают корки и подкорочный слой общей толщиной от 8 до 12 мм.

6.3.3 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой более 0,2 кг:

- целые изделия разрезают пополам по ширине и от одной половины отрезают кусок (ломоть) массой от 70 до 110 г, у которого срезают корки и подкорочный слой общей толщиной от 8 до 12 мм;
- у образца, состоящего из части изделия, срезают с одной стороны заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм. Затем отрезают кусок (ломоть) массой от 70 до 110 г, у которого срезают корки и подкорочный слой общей толщиной от 8 до 12 мм.

6.3.4 При подготовке к проведению измерений нарезанных изделий из середины изделия берут несколько кусков (ломтей) общей массой от 70 до 110 г, срезают корки и подкорочный слой общей толщиной от 8 до 12 мм.

6.3.5 При подготовке к проведению измерений хлебобулочных изделий пониженной влажности (бараночных изделий, сухарей и т. д.) из изделий удаляют включения и отделку, кроме изделий с маком и орехами, и измельчают на терке, в ступке или на ножевом электрическом измельчителе.

6.3.6 Из кусков изделий, подготовленных по 6.3.1—6.3.5, удаляют все включения и поверхностную отделку (кроме изделий, подготовленных по 6.3.5), затем их измельчают в крошку на ножевом электрическом измельчителе, перемешивают и сразу же берут навески.

6.4 Подготовка проб целого изделия

6.4.1 Пробы целого изделия используют для определения массовой доли жира как показателя пищевой ценности готовой продукции.

Из хлебобулочных изделий, не удаляя включения (повидло, варенье, изюм и т. п.), вырезают часть, в которой соотношение между количеством мякиша, корки, начинки (цукатов, винограда сушеного, орехов, мака и др.), отделки, обсыпки и т. д. такое же, как и в целом изделии. Масса выделенной пробы должна быть не менее 50 г.

6.4.2 Весовые и штучные хлебобулочные изделия массой менее 0,1 кг анализируют целиком.

6.4.3 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой от 0,1 до 0,2 кг:

- целые изделия разрезают на две равные части;
- у образцов, состоящих из части изделия, предварительно срезают заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм (у нарезанных изделий отделяют первый заветренный ломоть). Оставшуюся часть изделия разрезают на две равные части.

6.4.4 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой более 0,2 кг:

- целые изделия разрезают на четыре равные части. Из хлебобулочных изделий округлой формы допускается вырезать сегмент массой не менее 50 г таким образом, чтобы линии среза проходили через центр изделия;
- у образцов, состоящих из части изделия, предварительно срезают заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм (у нарезанных изделий отделяют первый заветренный ломоть). Оставшуюся часть изделия разрезают на четыре равные части.

6.4.5 Порядок подготовки к проведению измерений, выпеченных штучных хлебобулочных изделий специфической формы, устанавливают в нормативных документах на эти изделия.

6.4.6 При подготовке к проведению измерений хлебобулочных изделий пониженной влажности (бараночных изделий, сухарей и т. д.) хлебобулочные изделия вместе с включениями и отделкой измельчают на терке, в ступке или на ножевом электрическом измельчителе.

6.4.7 Куски изделий, подготовленных по 6.4.1—6.4.6, не удаляя включения (повидло, варенье, изюм и т. п.) и поверхностную отделку (обсыпку сахаром и т. п.), измельчают в крошку на ножевом электрическом измельчителе, перемешивают и сразу же берут навески.

Начинку и крупные включения рекомендуется предварительно отделять от основы, измельчать отдельно и соединять с измельченной основой. Однородные начинки допускается предварительно не измельчать.

7 Экстракционно-гравиметрический метод с предварительным гидролизом навески

7.1 Сущность метода

Метод основан на гидролизе анализируемой пробы раствором серной кислоты, экстракции жира хлороформом, отгонке растворителя из определенного объема экстракта и взвешивании полученного остатка.

Метод применяют при возникновении разногласий в оценке качества.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) или высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,0001 г и нагрузкой не менее 200 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр электронный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Центрифуга со скоростью вращения не менее 3000 об/мин.

Центрифужные пробирки с крышками вместимостью не менее 50 $см^3$.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры сушки от 20 °С до 200 °С с погрешностью ±2 °С.

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры от 20 °С до 100 °С с погрешностью ±2 °С.

Эксикатор 1–190 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Колбы Кн-2–100 (250)–34 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1 (2а)–1000–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1 (3)–50 (100) по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336.

Воронка В-56-110 ХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2-50 ХС ГОСТ 25336.

Пипетки 2–2–5 (20, 50) по ГОСТ 29169.

Груша резиновая.

Холодильник стеклянный по ГОСТ 25336.

Вата хлопковая по ГОСТ 5556.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., х. ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015, в. с.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а., х. ч.

Фенолфталеин (индикатор).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечива-

ющих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов, по качеству не ниже вышеуказанных.

7.3 Подготовка к проведению измерений

7.3.1 Приготовление раствора серной кислоты массовой долей 5 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 400 см^3 дистиллированной воды, затем вносят 30 см^3 серной кислоты и перемешивают, добавляют дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде на поддоне под тягой в условиях по 4.1 не более 12 мес.

7.3.2 Приготовление раствора фенолфталеина

Спиртовой раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1—2016 (таблица 1, пункт 43).

Раствор хранят в стеклянной химической посуде в условиях по 4.1 не более 6 мес.

7.4 Проведение измерений

Навеску анализируемого изделия (см. 6.3 или 6.4) массой 10 г (при содержании жира в изделиях свыше 10 % навеска может быть уменьшена до 5 г), взвешенную с точностью до 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 раствора серной кислоты, приготовленного по 7.3.1, и кипятят в колбе с обратным холодильником при слабом кипении (60 ± 2) мин. Затем содержимое колбы охлаждают водой до температуры (20 ± 5) °С. Снабженной резиновой грушей пипеткой прибавляют 50 см^3 хлороформа, плотно закрывают колбу пробкой и энергично взбалтывают от 15 до 20 мин. Выливают содержимое колбы в центрифужную пробирку (допускается разделять содержимое колбы на несколько центрифужных пробирок меньшего объема) и центрифугируют в течение 5 мин при 3000 об/мин. В нижней части пробирки формируется прозрачная фаза, представляющая собой хлороформенный экстракт жира. Пипеткой, снабженной резиновой грушей, аккуратно отбирают нижнюю фазу и фильтруют ее в сухую колбу вместимостью 100 см^3 через небольшой ватный тампон, вложенный в узкую часть воронки, причем кончик пипетки должен при этом касаться ваты. 20 см^3 фильтрата помещают в предварительно доведенную до постоянной массы и взвешенную колбу вместимостью 100 см^3.

Отбор и фильтрация должны проводиться не более 2 мин. Хлороформ из колбы отгоняют на горячей водяной бане, пользуясь прямым холодильником. Оставшийся в колбе жир сушат до постоянной массы (примерно 1—1,5 ч) при температуре (102 ± 2) °С. С целью удаления паров растворителя колбу в процессе сушки наклоняют на бок и продувают воздухом (с помощью груши) или инертным газом. Затем колбу охлаждают в эксикаторе в течение 20 мин и взвешивают на весах с точностью до 0,001 г.

Допускается следующий способ расслаивания.

После гидролиза в охлажденную колбу пипеткой добавляют 5 см^3 аммиака и 50 см^3 хлороформа, затем содержимое колбы взбалтывают в течение 15 мин и оставляют на 1 ч для отстаивания. За это время полностью отделяется и четко виден нижний хлороформенный слой. Если расслаивания не произойдет, добавляют еще 2—3 см^3 аммиака, следя за тем, чтобы реакция по фенолфталеину (см. 7.3.2) оставалась кислой.

После расслаивания отбор, фильтрацию, упаривание хлороформенного экстракта и высушивание жира ведут, как указано выше.

7.5 Обработка результатов измерений

7.5.1 Массовую долю жира X_1, %, в целом изделии вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_3) \cdot 100 \cdot 50}{20 \cdot m_4}, \quad (1)$$

где m_1 — масса колбы с высушенным жиром из изделий (см. 6.4), г;

m_3 — масса пустой колбы, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

50 — объем хлороформа, взятого для экстракции жира, см^3;

20 — объем хлороформенного экстракта жира, взятый для упаривания, см^3;

m_4 — масса навески анализируемого изделия (см. 6.4), г.

7.5.2 Массовую долю жира X_2, %, в мякише изделия в пересчете на сухие вещества вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{\frac{(m_2 - m_3) \cdot 100 \cdot 50}{20 \cdot m_5} \cdot 100}{100 - W}, \quad (2)$$

где m_2 — масса колбы с высушенным жиром из изделий (см. 6.3), г;

m_3 — масса пустой колбы, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

50 — объем хлороформа, взятого для экстракции жира, см^3;

20 — объем хлороформенного экстракта жира, взятый для упаривания, см^3;

m_5 — масса навески анализируемого изделия (см. 6.3), г;

W — массовая доля влаги в образце (см. 6.3), определенная по ГОСТ 21094.

Вычисление проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 95 %

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерения массовой доли жира, %	σ_r, %, стандартное отклонение повторяемости	r, %, предел повторяемости	σ_R, %, стандартное отклонение воспроизводимости	R, %, предел воспроизводимости	$\pm U$, %, расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2
Массовая доля жира (экстракционно-гравиметрический метод)	От 0,1 до 20,0 включ.	1,6	4,5	2,3	6,4	5,0

Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2 соответствует значению относительной погрешности метода при доверительной вероятности P = 95 %.

8 Экстракционно-гравиметрический метод с предварительным гидролизом навески (метод Вейбулла-Бернтропа)

8.1 Сущность метода

Метод основан на гидролизе анализируемой пробы раствором соляной кислоты, отделении твердой фазы фильтрованием, экстракции жира из осадка на фильтре гексаном или петролейным эфиром, отгонке растворителя и взвешивании полученного остатка.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) или высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,0001 г и нагрузкой не менее 200 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр электронный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Установка для экстракции по типу Сокслета, состоящая:

- из колбы для экстракции П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;
- экстрактора-насадки НЭТ-150 ТС по ГОСТ 25336;
- переходника П1-1-45/40-19/26 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильника шарикового ХШ-1-200-19/26 ХС по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры сушки от 20 °С до 200 °С с погрешностью ±2 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры от 20 °С до 100 °С с погрешностью ±2 °С.

Пипетка 2–2–1–2 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1 (3)–10 (25, 100, 500) по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2–250–34 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1–250–29/32 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1-200-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В (Н)-1–100 (400) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336.

Эксикатор 1–190 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Вата хлопковая по ГОСТ 5556, обезжиренная в растворителе (см. 8.3.3) и высушенная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026, обезжиренная в растворителе (см. 8.3.3) и высушенная.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 12,5 см, обезжиренные в растворителе (см. 8.3.3) и высушенные.

Универсальная индикаторная бумага pH 0—12.

Гильзы для экстракции, изготовленные из обезжиренной фильтровальной бумаги, целлюлозы или стеклянного микроволокна, с высотой на несколько миллиметров меньше высоты изгиба сифонной трубки экстрактора и диаметром на несколько миллиметров меньше диаметра загрузочного отверстия экстрактора. Внутренний диаметр гильзы приблизительно 28 мм, длина приблизительно 70 мм.

Палочки стеклянные оплавленные.

Стекло часовое.

Пинцет.

Шпатель металлический.

Щипцы металлические.

Гексан безводный, х. ч.

Петролейный эфир, фракция температурой кипения от 40 °С до 70 °С, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч., ч. д. а., х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов, по качеству не ниже вышеуказанных.

8.3 Подготовка к проведению измерений

8.3.1 Отбор проб и подготовка их к измерению — в соответствии с разделом 6.

8.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 20 %

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 400 $см^3$ дистиллированной воды, затем постепенно, избегая перегрева, вносят 500 $см^3$ соляной кислоты, добавляют дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде на поддоне под тягой в условиях по 4.1 не более 12 мес.

8.3.3 Подготовка экстракционных гильз, ваты, фильтров, фильтровальной бумаги и пинцетов

Обезжиривание проводят в стакане или в аппарате Сокслета тем же наименованием растворителя, который используют при определении жира. Затем дают стечь растворителю и сушат под тягой.

При отсутствии готовых экстракционных гильз полоску фильтровальной бумаги в два слоя оборачивают вокруг цилиндрической болванки соответствующего диаметра и закрепляют простой белой хлопчатобумажной ниткой. Бумагу обрезают на расстоянии, равном диаметру болванки, с того конца, где болванка имеет ровно срезанный край. Затем, начиная с внутреннего слоя, аккуратно загибают края бумаги на плоском конце болванки. Надавливанием гильзы вместе с болванкой на ровную поверхность выравнивают свернутое донышко. Гильзу снимают с болванки и при необходимости обрезают верхний край бумаги. Дно гильзы выстилают ватой. Изготовленные из фильтровальной бумаги гильзы допускается использовать повторно, но в сумме не более трех раз.

Размер экстракционной гильзы и объем аппарата Сокслета выбирают в зависимости от объема гидролизованной пробы. Высота гильзы должна быть на несколько миллиметров меньше высоты изгиба сифонной трубки экстрактора аппарата Сокслета. Диаметр гильзы должен быть на несколько миллиметров меньше диаметра загрузочного отверстия экстрактора.

8.3.4 Подготовка растворов для экстракции

Гексан или петролейный эфир перегоняют. Фракцию с температурой кипения выше 80 °С не используют для экстракции жира.

8.3.5 Подготовка приемных колб для экстракции

Чистую колбу для экстракции высушивают в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч и охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин до температуры (20 ± 5) °С. Металлическими щипцами колбу помещают на весы и взвешивают с точностью до 0,001 г.

8.4 Проведение измерений

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают от 3 до 20 г анализируемой пробы (см. 6.3 или 6.4), взвешенной с точностью до 0,01 г, избегая загрязнения горловины колбы. Массу навески подбирают таким образом, чтобы во взвешенной пробе содержание сухих веществ составляло от 3,0 до 3,5 г, а содержание жира — не более 1,0 г. Для выполнения данного условия масса пробы может быть уменьшена. Затем в колбу с пробой добавляют дистиллированную воду в таком количестве, чтобы общая масса смеси составляла (25 ± 2) г, и аккуратно перемешивают. Добавляют 50 $см^3$ соляной кислоты, приготовленной по 8.3.2 (для получения в колбе молярной концентрации соляной кислоты 4 моль/$дм^3$), омывая стенки колбы. При низком содержании твердого остатка, чтобы предотвратить потерю жира во время фильтрации, добавляют приблизительно 100 $см^2$ (1 г) разрезанной на части обезжиренной фильтровальной бумаги, подготовленной по 8.3.3, или достаточное количество обезжиренного адсорбента.

Содержимое колбы аккуратно перемешивают вращательными движениями. Колбу соединяют с обратным холодильником, нагревают до закипания и поддерживают минимальную интенсивность кипения в течение (30 ± 2) мин, время от времени аккуратно перемешивая содержимое колбы вращательными движениями. Затем внутреннюю поверхность холодильника ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды с температурой (50 ± 4) °С и отсоединяют его от колбы. Омывают внутреннюю поверхность горловины и стенки колбы дистиллированной водой с температурой (50 ± 4) °С.

Колбу с гидролизатом охлаждают до температуры (20 ± 5) °С и фильтруют через помещенный на воронку обезжиренный складчатый бумажный фильтр, подготовленный по 8.3.3, направляя струю по стеклянной палочке. Колбу трижды ополаскивают дистиллированной водой, выливая смывы по стеклянной палочке на фильтр. Остаток на фильтре промывают дистиллированной водой до получения нейтрального фильтрата (проверяют, капая фильтрат на универсальную индикаторную бумагу). Всего используют не более 400 $см^3$ дистиллированной воды. Фильтр, не снимая с воронки, высушивают в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч. Если на поверхности фильтрата появляется жир, то результат измерения может быть недостоверным. Рекомендуется повторение процедуры с меньшим количеством пробы.

Высушенный фильтр пинцетом снимают с воронки и помещают в экстракционную гильзу, подготовленную по 8.3.3 таким образом, чтобы верхний край фильтра находился на 5—15 мм ниже края гильзы. Держа гильзу пинцетом, осторожно затыкают ее обезжиренным ватным тампоном, подготовленным по 8.3.3. Гильзу пинцетом помещают в стеклянный стакан. Стакан с гильзой, стеклянную палочку и коническую колбу, в которой проводился гидролиз, нагревают в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч и охлаждают в эксикаторе.

Затем гильзу пинцетом помещают в экстрактор аппарата Сокслета. Мерным цилиндром отмеривают гексан или петролейный эфир, подготовленный по 8.3.4 в количестве, в 1,5 раза превышающем объем экстрактора при заполнении его до верхнего изгиба сифонной трубки, что соответствует при-

близительно половине от объема приемной колбы. Частью растворителя омывают кончики пинцета, внутреннюю поверхность конической колбы и стеклянную палочку, собирая смывы в подготовленную по 8.3.5 приемную колбу для экстракции. Остаток растворителя добавляют в приемную колбу, ополаскивая внутреннюю поверхность ее горловины.

Приемную колбу соединяют с экстрактором, содержащим гильзу. К экстрактору подсоединяют холодильник. Приемную колбу нагревают до температуры кипения растворителя и кипятят от 4 до 6 ч так, чтобы за 1 ч было не менее пяти и не более девяти сливаний растворителя. Для определения момента окончания процесса пипеткой отбирают из экстрактора 2 $см^3$ жидкости, наносят на сухое часовое стекло и помещают его в вытяжной шкаф до полного испарения растворителя. Если после испарения растворителя стекло остается чистым или присутствуют едва заметные нежирные разводы, то экстракция закончена. При перерыве в работе в экстракторе оставляют растворитель в таком количестве, чтобы гильза была погружена в него полностью.

По окончании процесса экстракции установку охлаждают. Отсоединяют холодильник и экстрактор. Осторожно сливают оставшийся в экстракторе растворитель в приемную колбу и ополаскивают внутреннюю поверхность горловины колбы небольшим количеством чистого растворителя, подготовленного по 8.3.4. Затем присоединяют к приемной колбе прямой холодильник и осторожно отгоняют растворитель. Допускается отгонка растворителя из приемной колбы в экстрактор. В этом случае гильзу пинцетом удаляют из экстрактора. После заполнения экстрактора до верхнего изгиба сифонной трубки чистый растворитель сливают из экстрактора, который затем вновь присоединяют к приемной колбе и отгоняют оставшийся в колбе растворитель.

При использовании водяной бани аккуратно вытирают внешнюю поверхность приемной колбы для экстракции. Колбу помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (102 ± 2) °С в течение 1 ч. Для удаления паров растворителя колбу периодически наклоняют на бок и продувают воздухом (с помощью груши) или инертным газом. Затем колбу охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин до температуры (20 ± 5) °С. Металлическими щипцами колбу помещают на весы и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Высушивание колбы повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями не будет меньше или равна 0,001 г. В качестве массы колбы с экстрагируемым веществом принимают наименьшее значение.

8.5 Холостое измерение

Контрольное холостое измерение выполняют одновременно с основным измерением, применяя те же процедуры и те же реактивы, но заменяя рабочую часть образца, доведенную до массы (25 ± 2) г (см. 8.4) на 25 $см^3$ дистиллированной воды. При этом разность между массой колбы после проведения холостой экстракции и массой пустой колбы должна стремиться к нулю.

8.6 Обработка результатов измерений

8.6.1 Массовую долю жира X_3, %, в целом изделии вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_1) - (m_5 - m_4)}{m_6} \cdot 100, \quad (3)$$

где m_2 — масса колбы для экстракции с выделенным из изделий (см. 6.4) жиром после высушивания, г;

m_1 — масса пустой колбы для экстракции, г;

m_5 — масса колбы для экстракции после проведения холостого измерения и высушивания, г;

m_4 — масса пустой колбы для экстракции, используемой при холостом измерении, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_6 — масса навески целого изделия (см. 6.4), г.

8.6.2 Массовую долю жира X_4, %, в мякише изделия в пересчете на сухие вещества вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{\frac{(m_3 - m_1) - (m_5 - m_4)}{m_7} \cdot 100 \cdot 100}{100 - W}, \quad (4)$$

где m_3 — масса колбы для экстракции с выделенным из изделий (см. 6.3) жиром после высушивания, г;

m_1 — масса пустой колбы для экстракции, г;

m_5 — масса колбы для экстракции после проведения холостого измерения и высушивания, г;

m_4 — масса пустой колбы для экстракции, используемой при холостом измерении, г;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m_7 — масса навески мякиша изделия (см. 6.3), г;

W — массовая доля влаги в образце (см. 6.3), определенная по ГОСТ 21094.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2 — Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 95 %

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерения массовой доли жира, %	σ_r, %, стандартное отклонение повторяемости	r, %, предел повторяемости	σ_R, %, стандартное отклонение воспроизводимости	R, %, предел воспроизводимости	$\pm U$, %, расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2
Массовая доля жира (метод Вейбулла-Бернтропа)	От 0,1 до 20,0 включ.	1,6	4,5	2,3	6,4	5,0

Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2 соответствует значению относительной погрешности метода при доверительной вероятности P = 95 %.

9 Рефрактометрический метод (ускоренный)

9.1 Сущность метода

Метод основан на извлечении жира из навески изделия соответствующим растворителем. Содержание жира в изделии определяют по разности коэффициентов преломления растворителя и раствора жира в растворителе.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) или высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,0001 г и нагрузкой не менее 200 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Рефрактометр с диапазоном измерения коэффициента преломления от 1,44 до 1,68 и разрешением не ниже 0,0001.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр электронный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Баня водяная термостатируемая, обеспечивающая поддержание температуры от 20 °С до 100 °С с погрешностью ±2 °С.

Пикнометры ПЖ2-25 (50)-КН 7/16 по ГОСТ 22524.

Пипетки 1–1–1–2 (5) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1 (3)–25 по ГОСТ 1770.

Воронка В-25-38 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В (Н)-1–25 (50, 250) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.
Стаканчики для взвешивания СН–34/12 (45/13) по ГОСТ 25336.
Ступка 1 (2) по ГОСТ 9147.
Вата хлопковая по ГОСТ 5556.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 5,5 см.
Натрий углекислый по ГОСТ 83.
Кислота уксусная по ГОСТ 61.
1-бромнафталин или 1-хлорнафталин, ч. д. а, х. ч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Песок прокаленный, обезжиренный.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов, по качеству не ниже вышеуказанных.

9.3 Подготовка к измерению

9.3.1 Приготовление раствора уксусной кислоты с массовой долей 80 %

В стакане вместимостью 250 см^3 взвешивают 80 г уксусной кислоты, прибавляют 20 г дистиллированной воды и перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде на поддоне под тягой в условиях по 4.1 не более 1 мес.

9.3.2 Водное число пикнометра устанавливают по ГОСТ 3900—85 (подпункт 2.2.2.2).

9.3.3 Определение плотности растворителей

Чистый сухой пикнометр взвешивают. Наливают в него испытуемый растворитель до метки на горлышке, снова взвешивают и по разности масс находят массу растворителя.

Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,005 г. Расхождение между параллельными взвешиваниями должно быть не более 0,015 г.

Из двух взвешиваний берут среднее арифметическое и вычисляют плотность растворителей ρ, г/см^3, при температуре 20 °С по формуле

$$\rho = \frac{m}{q}, \tag{5}$$

где m — масса растворителя, г;

q — водное число пикнометра, см^3.

9.3.4 Калибровка пипеток по растворителю

Пипеткой вместимостью 2 или 5 см^3 отмеривают соответствующий объем растворителя и взвешивают его в стаканчике с погрешностью не более 0,005 г. Расхождение между параллельными взвешиваниями должно быть не более 0,015 г.

Из двух взвешиваний берут среднее арифметическое и вычисляют объем пипетки V, см^3, по формуле

$$V = \frac{m}{\rho}, \tag{6}$$

где m — масса растворителя, соответствующая объему взятой пипетки, г;

ρ — плотность растворителя при температуре 20 °С, определенная по 9.3.3, г/см^3.

9.3.5 Определение коэффициента преломления растворителя

При температуре 20 °С одну—две капли 1-бромнафталина или 1-хлорнафталина наносят на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления.

9.4 Проведение измерения

Измельченную навеску анализируемого изделия (см. 6.3 или 6.4) массой приблизительно 2 г, взвешенную с точностью до 0,01 г, помещают в фарфоровую ступку. Затем калиброванной пипеткой с помощью груши прибавляют 4 см^3 растворителя. Все содержимое ступки энергично растирают в течение

3 мин. Смесь переносят из ступки на маленький складчатый фильтр. Первые две-три капли фильтрата отбрасывают, а последующий фильтрат в количестве двух-трех капель помещают на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления.

Бараночные и сухарные изделия анализируют следующим образом: хорошо измельченную навеску массой приблизительно 2 г взвешивают с точностью до 0,01 г и помещают в фарфоровую ступку. Затем, прибавив приблизительно 2 г обезжиренного прокаленного песка и 2 $см^3$ уксусной кислоты, подготовленной по 9.3.1, все хорошо растирают в течение 2 мин и помещают на кипящую водяную баню на 3 мин. При проведении измерений изделий с низкой влажностью (сухари, сушки и др.) перед добавлением песка измельченную навеску смачивают 1 $см^3$ воды.

Охладив массу, прибавляют калиброванной пипеткой с помощью груши 5 $см^3$ 1-бромнафталина или 1-хлорнафталина и вновь все растирают в течение 3 мин, затем добавляют приблизительно 2 г углекислого натрия и перемешивают. Смесь из ступки переносят на складчатый фильтр и фильтруют в стакан вместимостью 25 (50) $см^3$, отбрасывая первые две-три капли фильтрата. Из полученного фильтрата берут две-три капли, наносят на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления.

Определение коэффициента преломления проводят термостатируя рефрактометр при температуре (20 ± 0,2) °С или при температуре (20 ± 5) °С. В последнем случае показатель преломления раствора приводят к температуре 20,0 °С путем внесения поправки по таблице 3.

Таблица 3 — Температурные поправки при определении показателей преломления раствора жира в 1-бромнафталине и 1-хлорнафталине

Температура, °С	Поправка
Отнять от показателя преломления	
15,0	0,0022
1	0,0022
2	0,0021
3	0,0021
4	0,0020
5	0,0020
6	0,0019
7	0,0019
8	0,0018
9	0,0018
16,0	0,0018
1	0,0017
2	0,0017
3	0,0016
4	0,0016
5	0,0016
6	0,0015
7	0,0015
8	0,0014
9	0,0014
17,0	0,0013
1	0,0013
2	0,0012
3	0,0012
4	0,0011
5	0,0011
6	0,0011
7	0,0010
8	0,0010
9	0,0009

Продолжение таблицы 3

Температура, °С	Поправка
18,0	0,0009
1	0,0008
2	0,0008
3	0,0007
4	0,0007
5	0,0007
6	0,0006
7	0,0006
8	0,0005
9	0,0005
19,0	0,0004
1	0,0004
2	0,0004
3	0,0003
4	0,0003
5	0,0002
6	0,0002
7	0,0001
8	0,0001
9	0,0000
Прибавить к показателю преломления	
20,0	0,0000
1	0,0000
2	0,0001
3	0,0001
4	0,0002
5	0,0002
6	0,0003
7	0,0003
8	0,0004
9	0,0004
21,0	0,0004
1	0,0005
2	0,0005
3	0,0006
4	0,0006
5	0,0007
6	0,0007
7	0,0007
8	0,0008
9	0,0008
22,0	0,0009
1	0,0009
2	0,0010
3	0,0010
4	0,0011
5	0,0011
6	0,0011
7	0,0012
6	0,0016
7	0,0016

Окончание таблицы 3

Температура, °С	Поправка
8	0,0017
9	0,0017
24,0	0,0018
1	0,0018
2	0,0018
3	0,0019
4	0,0019
5	0,0020
6	0,0020
7	0,0021
8	0,0021
9	0,0022
25,0	0,0022
1	0,0022
2	0,0023
3	0,0023
4	0,0024
5	0,0024
6	0,0025
7	0,0025
8	0,0026
9	0,0026

Отсчет показателя преломления раствора жира можно также проводить при комнатной температуре, без учета поправки на температуру, при условии одновременного определения показателя преломления растворителя при той же температуре.

9.5 Обработка результатов

9.5.1 Массовую долю жира X_5, %, в целом изделии вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V_p \cdot \sigma_ж \cdot 100}{m_1}\left(\frac{П_р - П_{рж}}{П_{рж} - П_ж}\right), \quad (7)$$

где V_p — объем растворителя, взятый для извлечения жира, см^3;

$\sigma_ж$ — плотность жира при температуре 20 °С (см. таблицу 5), г/см^3;

100 — коэффициент для пересчета результата в проценты;

m_1 — масса навески анализируемого изделия (см. 6.4), г.

$П_р$ — коэффициент преломления растворителя;

$П_{рж}$ — коэффициент преломления раствора жира в растворителе;

$П_ж$ — коэффициент преломления жира (см. таблицу 5);

9.5.2 Массовую долю жира X_6, %, в мякише изделия в пересчете на сухие вещества вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V_p \cdot \sigma_ж \cdot 100}{m_2}\,\frac{\left(\frac{П_р - П_{рж}}{П_{рж} - П_ж}\right) \cdot 100}{100 - W}, \quad (8)$$

где m_2 — масса навески анализируемого изделия (см. 6.3), г;

W — массовая доля влаги в образце (см. 6.3), определенная по ГОСТ 21094.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных

определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 — Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 95 %

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерения массовой доли жира, %	σ_r, %, стандартное отклонение повторяемости	r, %, предел повторяемости	σ_R, %, стандартное отклонение воспроизводимости	R, %, предел воспроизводимости	$\pm U$, %, расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2
Массовая доля жира (рефрактометрический метод)	От 0,5 до 20,0 включ.	2,3	6,3	3,2	8,9	6,3

Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2 соответствует значению относительной погрешности метода при доверительной вероятности P = 95 %.

При вычислении процента содержания жира пользуются показателями преломления и плотности жиров, указанными в таблице 5.

Таблица 5 — Показатели преломления и плотности жиров

Наименование жира	Коэффициент преломления	Плотность
Кунжутное масло	1,4730	0,919
Подсолнечное масло	1,4730	0,924
Коровье масло	1,4605	0,920
Маргарин	1,4690	0,928
Арахисовое масло	1,4696	0,914
Горчичное масло	1,4769	0,918
Кондитерский жир	1,4674	0,928
Соевое масло	1,4756	0,922
Кукурузное масло	1,4745	0,920
Концентраты фосфатидные	1,4746	0,922
Кулинарный жир	1,4724	0,926
Свиной топленый жир	1,4712	0,917

Примечания

1 Если в анализируемом изделии находится неизвестный жир или имеется смесь жиров, поступают следующим образом: 5—10 г измельченного изделия заливают трехкратным количеством растворителя (хлороформа, тетрахлоруглерода и др.), взбалтывают в течение 15 мин, вытяжку фильтруют в колбу, растворитель полностью отгоняют, остаток подсушивают и определяют коэффициент преломления смеси жиров или неизвестного жира.

2 Для смеси жиров или для неизвестного жира плотность принимают равной 0,925.

3 При хорошем растирании навески с растворителем в ступке, когда смесь перенесена на фильтр, стекающие из воронки капли раствора жира в растворитель допускается наносить на призму рефрактометра, не дожидаясь, когда профильтруется вся смесь.

10 Бутирометрический метод (ускоренный)

10.1 Сущность метода

Метод основан на растворении испытуемой навески изделия в растворе серной кислоты с массовой долей 60 % и отделении слоя жира в молочном бутирометре центрифугированием в присутствии изоамилового спирта, который образует с серной кислотой изоамилово-серный эфир, уменьшающий величину поверхностного натяжения жировых шариков и способствующий слипанию их в единый жировой слой.

Объем выделившегося жира измеряют в градуированной части бутирометра.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) или высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,0001 г и нагрузкой не менее 200 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термометр электронный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная термостатируемая с гнездами для жиромеров, обеспечивающая поддержание температуры от 20 °С до 100 °С с погрешностью ±2 °С.

Центрифуга со скоростью вращения не менее 1000 об/мин.

Жиромеры 1-5 (6, 7) по ГОСТ 23094.

Пробки для жиромеров.

Штатив для жиромеров.

Стакан 1 по ГОСТ 9147.

Колба мерная 1 (2а)–1000–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1 (3)–500 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1–1–1–1 (10) по ГОСТ 29227.

Палочки стеклянные.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., х. ч.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830, ч., ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов, по качеству не ниже вышеуказанных.

10.3 Подготовка к измерению

10.3.1 Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 60 %

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 450 $см^3$ дистиллированной воды, затем постепенно, избегая перегрева (поместив колбу в водяную баню), вносят 513 $см^3$ концентрированной серной кислоты, добавляют дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной химической посуде на поддоне под тягой в условиях по 4.1 не более 12 мес.

10.4 Проведение измерений

От изделий (см. 6.3 или 6.4) берут по две навески массой 2,0 г каждая, взвешивают с точностью до 0,01 г, помещают в фарфоровые стаканы и заливают 9 $см^3$ раствора серной кислоты, приготовленной по 10.2.1. Стаканы погружают в водяную баню с температурой 80 °С и растворяют навески в течение 20 мин при периодическом перемешивании стеклянной палочкой.

После растворения навесок темную жидкость количественно переносят в жиромеры (бутирометры), смывая остатки с помощью приблизительно 10 см^3 раствора серной кислоты, приготовленной по 10.3.1 так, чтобы уровень жидкости был на 4—6 мм ниже основания горловины жиромера.

В жиромеры осторожно (чтобы не замочить горлышко) приливают по 1 см^3 изоамилового спирта. Уровень смеси в жиромере устанавливают на 1—2 мм ниже основания горловины жиромера, для чего допускается добавлять несколько капель дистиллированной воды. Жиромеры плотно закрывают резиновыми пробками, плавно перемешивают в течение 3 мин и помещают в гнезда водяной бани с температурой 80 °С на 5 мин (пробками вниз).

По истечении 5 мин жиромеры вынимают из водяной бани, размещают в центрифуге (градуированной частью к центру) и центрифугируют 5 мин. После центрифугирования жиромеры (пробками вниз) снова помещают на 5 мин в водяную баню с температурой 80 °С (с целью лучшего разделения фракций допускается повторное центрифугирование жиромеров с последующим нагреванием в водяной бане). Жиромеры вынимают по одному из водяной бани и быстро проводят отсчет количества жира. При отсчете жиромер держат вертикально, граница жира должна находиться на уровне глаз. Движением пробки устанавливают нижнюю границу желтого жирового слоя над темной жидкостью на нулевом или целом делении шкалы жиромера. От него отсчитывают число делений до нижней точки мениска столбика жира с точностью до наименьшего деления шкалы жиромера.

Граница раздела жира и кислоты должна быть резкой, а столбик жира — прозрачным. При наличии «кольца», различных примесей в столбике жира или размытой нижней границе измерение проводят повторно.

10.5 Обработка результатов

10.5.1 Массовую долю жира X_7, %, в целом изделии вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{n \cdot 0{,}0114 \cdot 100}{m_1}, \quad (9)$$

где n — высота жирового слоя в жиромере по числу малых делений;

0,0114 — количество жира, соответствующее одному малому делению жиромера, г;

100 — коэффициент для пересчета результата в проценты;

m_1 — масса навески целого изделия (см. 6.4), г.

10.5.2 Массовую долю жира X_8, %, в мякише изделия в пересчете на сухие вещества вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{\frac{n \cdot 0{,}0114 \cdot 100}{m_2} \cdot 100}{100 - W}, \quad (10)$$

где n — высота жирового слоя в жиромере по числу малых делений;

0,0114 — количество жира, соответствующее одному малому делению жиромера, г;

100 — коэффициент для пересчета результата в проценты;

m_2 — масса навески анализируемого изделия (см. 6.3), г;

W — массовая доля влаги в образце (см. 6.3), определенная по ГОСТ 21094.

Для удобства и ускорения расчета можно использовать данные таблицы 6.

Таблица 6 — Массовая доля жира в анализируемом образце, соответствующая количеству малых делений жиромера

Показание жиромера	Массовая доля жира X, %
1	0,57
2	1,14
3	1,71
4	2,28
5	2,85
6	3,42
7	3,99

Окончание таблицы 6

Показание жиромера	Массовая доля жира *X*, %
8	4,56
9	5,13
10	5,70
11	6,27
12	6,84
13	7,41
14	7,98
15	8,55
16	9,12
17	9,69
18	10,26
19	10,83
20	11,40
21	11,97
22	12,54
23	13,11
24	13,68
25	14,25
26	14,82
27	15,39
28	15,96
29	16,53
30	17,10
31	17,67
32	18,24
33	18,81
34	19,38
35	19,95
36	20,52
37	21,09
38	21,66
39	22,23
40	22,80

Вычисление проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в таблице 7.

Таблица 7 — Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 95 %

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерения массовой доли жира, %	σ_r, %, стандартное отклонение повторяемости	r, %, предел повторяемости	σ_R, %, стандартное отклонение воспроизводимости	R, %, предел воспроизводимости	$\pm U$, %, расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2
Массовая доля жира (бутирометрический метод)	От 0,5 до 20,0 включ.	2,4	6,5	3,3	9,2	6,6

Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ соответствует значению относительной погрешности метода при доверительной вероятности $P = 95$ %.

11 Метод спектрометрии в ближней инфракрасной области (БИК-метод)

11.1 Сущность метода

Метод основан на регистрации спектров отражения анализируемых проб в ближней инфракрасной области и автоматическом расчете массовой доли жира с помощью заранее созданных градуировочных моделей, разработанных на основе репрезентативной выборки хлебобулочных изделий, в которых массовая доля жира установлена экстракционно-гравиметрическими методами с предварительным гидролизом навески.

При проведении измерений изделий с различными включениями и отделкой БИК-метод неприменим для целых изделий с коркой, но может быть использован для определения массовой доли жира в мякише (после отделения всех включений).

11.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

БИК-анализатор* для регистрации спектров отражения в ближней инфракрасной области от 1400 до 2400 нм (от 7200 до 4100 $см^{-1}$) с индикацией результатов на экране персонального компьютера или на дисплее прибора.

Измельчающее устройство (мельница лабораторная ротационная ножевая, измельчающая пробы без потери влаги).

Контейнеры (банки) стеклянные или пластмассовые объемом не менее 250 $см^3$, с герметично закрывающимися крышками.

Шпатель.

Кисточка или ткань хлопчатобумажная.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также материалов, по качеству не ниже вышеуказанных

11.3 Подготовка к измерению

11.3.1 Подготовка проб

Отбор и подготовку проб осуществляют по 6.1—6.4. Суммарная масса пробы, отобранной для БИК-анализа, должна быть не менее 200 г. Пробу, избегая нагрева, тщательно измельчают небольшими порциями, соответствующими оптимальной загрузке используемого измельчающего устройства.

Необходимо точно соблюдать выбранные режимы измельчения проб, т. к. размер частиц влияет на сходимость результатов измерений.

В случае проведения совместных измерений на БИК-анализаторе содержания влаги, сахара и жира рекомендуется использовать лабораторную ротационную ножевую мельницу** с возможно меньшим «мертвым» пространством, позволяющую быстро размолоть пробу без заметного повышения температуры и, по возможности, без контакта пробы с окружающей средой.

Измельченную анализируемую пробу переносят в контейнер и плотно закрывают крышкой. Непосредственно перед измерением температура пробы должна соответствовать температуре окружающей среды, указанной в 4.1. Если температура пробы отличается от температуры (20 ± 5) °С более чем на 2 °С, то контейнер с пробой выдерживают в течение 1 ч при температуре выполнения измерений. При необходимости анализируемую пробу хранят в холодильнике в герметично закрытом контейнере в течение рекомендуемого срока хранения для исследуемого продукта.

---

* Например, «Инфраскан-3150». Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других средств измерений с аналогичными характеристиками.

** Например, мельница «Вьюга». Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других устройств с аналогичными характеристиками.

11.3.2 Подготовка БИК-анализатора к работе

БИК-анализатор включают и выводят на режим измерений в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Измерительную кювету перед каждым заполнением тщательно очищают с помощью кисточки или сухой хлопчатобумажной ткани.

11.4 Проведение измерений

Подготовленную по 11.3.1 пробу тщательно перемешивают в контейнере. Перемешивание следует проводить перед каждым заполнением кюветы. Измерительную кювету с помощью шпателя равномерно (без просветов) заполняют анализируемой пробой. При этом необходимо избегать резких движений с заполненной кюветой и ее встряхивания. Не допускается насыпать анализируемую пробу из сосуда, т. к. это приводит к гравитационному разделению фракций и уменьшает точность определения. Плотность загрузки пробы в кювету также оказывает влияние на интенсивность инфракрасных спектров. Измерения проводят сразу же после заполнения кюветы анализируемой пробой в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора по методике, встроенной в БИК-анализатор.

11.5 Обработка результатов

С помощью заранее созданных градуировочных моделей результаты автоматически пересчитывают на массовую долю жира.

11.5.1 Численное значение массовой доли жира X_9, %, в целом изделии выводится на дисплей прибора или на экран персонального компьютера.

11.5.2 Численное значение массовой доли жира X_{10}, %, в мякише изделия в пересчете на сухие вещества выводится на дисплей прибора или на экран персонального компьютера.

Результат записывают до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в таблице 8.

Таблица 8 — Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 95 %

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерения массовой доли жира, %	σ_r,%, стандартное отклонение повторяемости	r, %, предел повторяемости	σ_R, %, стандартное отклонение воспроизводимости	R, %, предел воспроизводимости	$\pm U$, %, расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2
Массовая доля жира (БИК- метод)	От 0,5 до 20,0 включ.	2,1	5,8	2,9	8,2	6,0

Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2 соответствует значению относительной погрешности метода при доверительной вероятности P = 95 %.

12 Контроль погрешности результатов измерений

12.1 Контроль погрешности результатов измерений массовой доли жира проводится с использованием методики сравнения. Роль средств контроля выполняют рабочие пробы. В качестве методики сравнения выбирают экстракционно-гравиметрический метод по разделу 7 или 8.

Контроль погрешности результатов измерений массовой доли жира с применением методики сравнения состоит в сравнении результатов контрольных измерений одной и той же пробы, полученных на БИК анализаторе, — X и по методике сравнения — экстракционно-гравиметрическому методу — X_c.

Результат контрольной процедуры $\hat{\delta}$ — оценку погрешности результата измерений массовой доли жира — вычисляют по формуле

$$\hat{\delta} = |X - X_c|. \quad (11)$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

$$\hat{\delta} \le \sqrt{\delta^2 + \delta_c^2}, \qquad (12)$$

где δ — границы относительной погрешности подконтрольного метода, %;

δ_c — границы относительной погрешности методики сравнения, %.

При невыполнении условия (12) повторяют измерения с использованием другой пробы. При повторном невыполнении условия (12) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Примечание — Наиболее часто причиной превышения погрешности при измерении массовой доли жира являются либо неверно выбранные параметры режима измерений (в случае применения БИК анализатора конкретного типа), либо несоблюдение процедуры пробоподготовки, что приводит к значительной неоднородности пробы, взятой для проведения контрольных процедур.

12.2 Результаты измерений, полученные при контроле погрешности результатов измерений, могут быть использованы при реализации контроля стабильности результатов измерений массовой доли жира, получаемых при реализации методов, регламентированных настоящим стандартом.

12.3 Контроль стабильности результатов измерений массовой доли жира рекомендуется проводить в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6 с использованием карт Шухарта либо в соответствии с рекомендациями [4].

Библиография

[1]	Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/ 2011	О безопасности пищевой продукции
[2]	Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011	Пищевая продукция в части ее маркировки
[3]	Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 027/2012	О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания
[4]	РМГ 76-2014	Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 664.66:006.354 МКС 67.060

Ключевые слова: хлебобулочные изделия, методы определения массовой доли жира, экстракционно-гравиметрический метод, рефрактометрический метод, бутирометрический метод, БИК-метод, показатель преломления, растворитель, центрифугирование

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 27.06.2022. Подписано в печать 07.07.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,64.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
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