ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71415— 2024

ПРОДУКЦИЯ РЫБНАЯ ПИЩЕВАЯ

Титриметрический метод определения кислотного числа жира

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии» (ФГБНУ «ВНИРО») и Полярным филиалом федерального государственного бюджетного научного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии» [Полярный филиал ФГБНУ «ВНИРО» («ПИНРО» им. Н.М. Книповича)]

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 300 «Рыбные продукты пищевые, кормовые, технические и упаковка»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июня 2024 г. № 707-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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 2
4 Сущность метода 3
5 Требования безопасности, охраны окружающей среды 3
6 Требования к условиям выполнения измерений 3
7 Требования к показателям точности измерений 3
8 Требования к квалификации операторов 3
9 Требования к средствам измерений, испытательному оборудованию, вспомогательным устройствам, посуде, материалам и реактивам 4
10 Подготовка к выполнению измерений 5
10.1 Отбор, хранение и подготовка проб 5
10.2 Приготовление растворов 5
11 Порядок выполнения измерений 5
12 Обработка результатов измерений 6
13 Оформление результатов измерений 8
14 Контроль точности результатов измерений 8
15 Протокол испытаний 9
Библиография 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКЦИЯ РЫБНАЯ ПИЩЕВАЯ

Титриметрический метод определения кислотного числа жира

Fish food products. Titrimetric method for determination of fat acid value

Дата введения — 2025—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую рыбную продукцию с массовой долей жира не менее 8 % и устанавливает титриметрический метод определения кислотного числа жира с визуальной индикацией.

Диапазон измерений кислотного числа жира — от 1,0 до 50,0 мг гидроокиси калия на 1 г жира (мг КОН/г) включительно.

Настоящий стандарт не распространяется на рыбный жир, препарат «Витамин А в жире» и концентрат витамина А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 12.1.005 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 12.1.030 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление

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 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 3309 Часы настольные и настенные балансовые механические. Общие технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 7636 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты из переработки. Методы анализа

Издание официальное

ГОСТ 8756.0 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. 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 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

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

ГОСТ 31339 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 34037 Упаковка стеклянная для химических реактивов и особо чистых химических веществ. Общие технические условия

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

ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1], а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **кислотное число жира** (acid value of fat): Физическая величина, равная массе гидроокиси калия или гидроокиси натрия в миллиграммах, необходимой для нейтрализации свободных жирных кислот и других нейтрализуемых щелочью сопутствующих триглицеридам веществ, содержащихся в 1 г жира.

4 Сущность метода

Метод определения кислотного числа жира основан на его экстрагировании хлороформом из пробы пищевой рыбной продукции и титровании хлороформенного экстракта раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

Процесс нейтрализации свободных жирных кислот описывается уравнениями:

$RCOOH + KOH = RCOOK + H_2O$,

или

$RCOOH + NaOH = RCOONa + H_2O$.

5 Требования безопасности, охраны окружающей среды

5.1 Общие требования, предъявляемые к компетентности испытательной лаборатории, проведению испытаний и персоналу, — по ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 (разделы 4—6).

5.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией, соответствующей требованиям безопасности по ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005.

5.3 При работе с химическими реактивами необходимо соблюдать общие требования безопасности обращения с вредными веществами по ГОСТ 12.1.007.

5.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.5 При работе с электроприборами следует соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.1.030.

5.6 Утилизацию использованных проб и реактивов проводят в соответствии с нормативной документацией, установленной на предприятии.

6 Требования к условиям выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха..... (21 ± 3) °С;
- относительная влажность воздуха.....(65 ± 15) %.

7 Требования к показателям точности измерений

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой показатели точности результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 не превышают значений, указанных в таблице 1 для соответствующего диапазона.

Таблица 1

Диапазон измерений кислотного числа жира, мг КОН/г	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_{r\,0}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_{R\,0}$, %	Показатель правильности (границы относительной неисключенной систематической погрешности при доверительной вероятности P = 0,95) $\pm\,\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95) $\pm\,\delta$, %
От 1,0 до 50,0 вкл.	1,8	2,5	6	8

8 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов по методике измерений допускаются сотрудники, освоившие данную методику и подтвердившие экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

9 Требования к средствам измерений, испытательному оборудованию, вспомогательным устройствам, посуде, материалам и реактивам

9.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений:

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой погрешности +0,001 г;
- секундомер;
- часы с наличием минутной оцифровки циферблата настольные или настенные балансовые механические по ГОСТ 3309 или электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752;
- бюретки 1-1(2,3)-1(2)-25-0,1 по ГОСТ 29251;
- микробюретки 1-1(2,3)-1(2)-5-0,02, 1-1(2,3)-1(2)-2-0,01, 1-1(2,3)-1(2)-1-0,01 по ГОСТ 29251.

9.2 При выполнении измерений применяют следующие испытательное оборудование и вспомогательные устройства:

- аквадистиллятор лабораторный;
- баню водяную, обеспечивающую температуру (85 ± 5) °С;
- встряхиватель лабораторный с диапазоном частот колебаний платформ от 100 до 150 колебаний в минуту;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный;
- шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (107 ± 3) °С;
- электроплитку бытовую по ГОСТ 14919;
- холодильник бытовой с рабочим диапазоном температур от 2 °С до 8 °С;
- камеру лабораторную морозильную, обеспечивающую поддержание температуры не выше минус 18 °С.

9.3 При выполнении измерений применяют следующую посуду:

- банки стеклянные со стеклянными притертыми пробками вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 34037;
- воронки стеклянные лабораторные В-25(36)-38(50) по ГОСТ 25336;
- воронки Бюхнера фарфоровые по ГОСТ 9147;
- капельницу по ГОСТ 25336;
- колбы стеклянные лабораторные конические с притертыми пробками Кн-2-250(500, 1000)-18 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы с тубусом (Бунзена) 1-250(500) по ГОСТ 25336;
- палочки стеклянные;
- пипетки градуированные 1-2-2-20 по ГОСТ 29227;
- пипетки с одной отметкой 1-2-20 по ГОСТ 29169;
- стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/8(19/9) по ГОСТ 25336;
- ступку и пестик фарфоровые по ГОСТ 9147;
- цилиндры мерные 1(4)-25(50, 250)-1(2) по ГОСТ 1770;
- эксикатор по ГОСТ 25336.

9.4 При выполнении измерений применяют следующие материалы и реактивы:

- бумагу фильтровальную лабораторную ФБ-I(II) по ГОСТ 12026;
- воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а.;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а.;
- стандарт-титры 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н) гидроокиси калия или гидроокиси натрия;
- кислоту соляную, стандарт-титр 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н);
- кислоту соляную концентрированную по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а.;
- натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962;
- фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1;
- хлороформ по ГОСТ 20015.

9.5 Допускается использование других средств измерений, испытательного оборудования, вспомогательных устройств, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также посуды, реактивов и материалов по качеству не ниже указанных.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Отбор, хранение и подготовка проб

10.1.1 Отбор проб и определение объема выборки пищевой рыбной продукции, кроме рыбных консервов и пресервов, проводят по ГОСТ 31339. Подготовка проб к анализу — по ГОСТ 7636.

10.1.2 Отбор проб, определение объема выборки и подготовку проб к анализу рыбных консервов и пресервов проводят по ГОСТ 8756.0.

10.1.3 Подготовленную по 10.1.1 или 10.1.2 пробу хранят не более 24 ч в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С в герметично закрытом контейнере таким образом, чтобы предотвратить порчу и изменение состава.

Допускается хранить подготовленную пробу в замороженном состоянии при температуре не выше минус 18 °С не более 7 сут.

10.2 Приготовление растворов

10.2.1 Раствор соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3

Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм^3 — из стандарт-титра (фиксанал) по прилагаемой инструкции, из концентрированной соляной кислоты — по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес. Молярную концентрацию эквивалента (нормальную концентрацию) раствора проверяют не реже одного раза в месяц.

10.2.2 Раствор гидроокиси калия (или гидроокиси натрия) концентрации 0,1 моль/дм^3

Для приготовления раствора гидроокиси калия молярной концентрацией с (KOH) = 0,1 моль/дм^3 (номинальное значение) взвешивают (5,61 ± 0,01) г гидроокиси калия, количественно переносят в колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией с (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (номинальное значение) — по ГОСТ 25794.1.

Приготовление растворов гидроокиси калия (или гидроокиси натрия) молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3 из стандарт-титров — по прилагаемой инструкции.

Титруют приготовленный раствор 0,1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты (не менее трех раз), устанавливая значение коэффициента поправки *K* (отношение действительного значения молярной концентрации к номинальному) с указанием третьего десятичного знака. Коэффициент поправки к номинальной концентрации растворов определяют по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес со дня изготовления в емкостях из полимерных материалов, закрытых пробкой с хлоркальциевой трубкой. Молярную концентрацию раствора проверяют не реже одного раза в месяц.

10.2.3 Спиртовой 1 %-ный раствор фенолфталеина

Приготовление спиртового 1 %-ного раствора фенолфталеина с массовой концентрацией 10 г/дм^3 — по ГОСТ 4919.1.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес со дня изготовления.

10.2.4 Спирт этиловый нейтральный по фенолфталеину

Для приготовления спирта этилового нейтрального по фенолфталеину к 20 см^3 этилового спирта добавляют с помощью капельницы две капли 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина, приготовленного по 10.2.3, и при необходимости нейтрализуют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия, приготовленного по 10.2.2, до появления слабо-розовой окраски.

11 Порядок выполнения измерений

11.1 Экстракция жира

Из пробы, подготовленной в соответствии с 10.1, отбирают навеску (75,00 ± 0,01) г. Добавляют (150,00 ± 0,01) г натрия сернокислого и смесь растирают пестиком в фарфоровой ступке до получения однородной сыпучей массы. Смесь помещают в чистую сухую стеклянную банку с притертой пробкой, выдерживают в темном прохладном месте в течение 1 ч и затем добавляют 250 см^3 хлороформа. Содержимое банки тщательно перемешивают, закрывают ее притертой пробкой и выдерживают 40 мин, периодически помешивая. Затем смесь фильтруют через складчатый фильтр в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см^3. Допускается фильтровать хлороформенный экстракт под

вакуумом, используя колбу Бунзена и воронку Бюхнера. Банку промывают 50 см^3 хлороформа и смывы присоединяют к хлороформенному экстракту.

11.2 Определение массы жира в хлороформенном экстракте

Для определения массы жира одновременно с отбором хлороформенного экстракта для титрования отбирают пипеткой 20 см^3 полученного хлороформенного экстракта (для диапазона кислотного числа жира от 1,0 до 20,0 мг КОН/г включительно) или 5 см^3 (для диапазона свыше 20,0 до 50,0 мг КОН/г включительно) и переносят в предварительно высушенный стаканчик (бюксу), взвешенный с точностью до 0,001 г. Стаканчик (бюксу) с экстрактом помещают в вытяжной шкаф на закрытую водяную баню, нагретую до температуры (85 ± 5) °С, и выпаривают растворитель. Для обезвоживания жира стаканчик (бюксу) с оставшимся содержимым помещают в сушильный шкаф с температурой (107 ± 3) °С, и выдерживают в нем в течение 30 мин. Затем стаканчик (бюксу) с высушенным жиром охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Массу жира, содержащегося в хлороформенном экстракте, m, г, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса пустого стаканчика (бюксы), г;

m_2 — масса стаканчика (бюксы) с обезвоженным жиром, г.

11.3 Определение кислотного числа жира

В зависимости от предполагаемого результата измерений, объем порции экстракта V_x должен быть 20 см^3 (для диапазона кислотного числа жира — от 1,0 до 20,0 мг КОН/г включительно) или 5 см^3 (для диапазона свыше 20,0 до 50,0 мг КОН/г включительно).

Пипеткой отбирают порцию V_x хлороформенного экстракта, помещают ее в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 этилового спирта, нейтрального по фенолфталеину, приготовленного по 10.2.4. Добавляют с помощью капельницы три капли спиртового раствора фенолфталеина, приготовленного по 10.2.3, и быстро титруют из бюретки при непрерывном перемешивании раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия, приготовленного по 10.2.2, до появления розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. Отмечают объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия, израсходованного при титровании.

По окончании титрования отбирают вторую порцию хлороформенного экстракта и проводят параллельное измерение.

При кислотном числе жира от 1,0 до 4,0 мг КОН/г титрование ведут из микробюретки.

12 Обработка результатов измерений

12.1 Кислотное число жира X, мг КОН/г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{5{,}61\ VK}{m}, \quad (2)$$

где V — объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрацией c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 или c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованного на титрование, см^3;

K — отношение действительной концентрации раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия к номинальной;

5,61 — коэффициент для выражения кислотного числа в мг КОН/г при титровании раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 или c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3;

m — масса жира по формуле (1), г.

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}$, мг КОН/г, удовлетворяющих условию приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, по настоящему пункту

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}. \quad (3)$$

12.2 Проверку приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6, проводят в следующей последовательности.

Если абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений по формуле (4), полученных в условиях повторяемости, не превышает значения предела повторяемости r, рассчитываемого по формуле (5), то за результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (4)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений кислотного числа жира, мг КОН/г;

r — предел повторяемости в абсолютной форме, мг КОН/г, рассчитываемый по формуле

$$r = \frac{r_0 \overline{X}}{100}, \quad (5)$$

где r_0 — предел повторяемости в относительной форме, %, по таблице 2;

$\overline{X}$ — результат измерений кислотного числа жира, мг КОН/г.

Таблица 2

Диапазон измерений кислотного числа жира, мг КОН/г	Предел повторяемости (значение допускаемого относительного расхождения между двумя результатами параллельных определений, полученное в условиях повторяемости при доверительной вероятности P = 0,95) r_0, %	Предел воспроизводимости (значение допускаемого относительного расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях при доверительной вероятности P = 0,95) R_0, %
От 1,0 до 50,0 включ.	5	7

Если абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений по формуле (4), полученных в условиях повторяемости, превышает предел повторяемости r, необходимо получить еще один результат.

Если диапазон ($X_{max} - X_{min}$) результатов трех параллельных определений менее или равен по значению критическому диапазону $CR_{0,95}$(3) для уровня вероятности 95 % и числа определений n = 3, то в качестве окончательного результата указывают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных определений. Значения критического диапазона $CR_{0,95}$ для n = 3 находят по формуле

$$CR_{0,95}(n) = f(n) \cdot \sigma_r, \quad (6)$$

где $f(n)$ — коэффициент критического диапазона для числа измерений 3, равный 3,3;

σ_r — стандартное отклонение повторяемости в абсолютной форме, мг КОН/г, рассчитываемое по формуле

$$\sigma_r = \frac{\sigma_{r0} \cdot \overline{X}}{100}, \quad (7)$$

где σ_{r0} — стандартное отклонение повторяемости в относительной форме, %, по таблице 1;

$\overline{X}$ — результат измерений кислотного числа жира, мг КОН/г.

Если диапазон трех результатов параллельных определений больше критического диапазона по формуле (6), выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений кислотного числа жира в соответствии с требованиями разделов 10 и 11.

13 Оформление результатов измерений

13.1 Результат измерений кислотного числа жира $\overline{X}$, мг КОН/г, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мг КОН/г, } P = 0{,}95, \quad (8)$$

где $\overline{X}$ — результат измерений кислотного числа жира, мг КОН/г;

Δ — значение абсолютной погрешности измерений при реализации методики измерений в лаборатории, мг КОН/г, рассчитываемое по формуле

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \overline{X}}{100}, \quad (9)$$

где δ — значение относительной погрешности измерений по таблице 1, %.

13.2 Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности измерений. Значение абсолютной погрешности измерений округляют до двух значащих цифр.

14 Контроль точности результатов измерений

14.1 Оперативный контроль прецизионности

Контроль прецизионности результатов измерений кислотного числа жира осуществляют в условиях внутрилабораторной прецизионности на основании результатов измерений кислотного числа жира при реализации методики измерений в лаборатории путем оценки показателя внутрилабораторной прецизионности. Показатель внутрилабораторной прецизионности в абсолютной форме, мг КОН/г, может быть оценен с применением рабочих проб пищевой рыбной продукции с оформлением протокола установления показателей прецизионности результатов измерений в соответствии с [2] (приложение А) и не должен превышать значения показателя воспроизводимости в абсолютной форме σ_R, мг КОН/г, рассчитываемого по формуле

$$\sigma_R = \frac{\sigma_{R0} \cdot \overline{X}}{100}, \quad (10)$$

где σ_{R0} — стандартное отклонение воспроизводимости в относительной форме, %, по таблице 1;

$\overline{X}$ — результат измерений кислотного числа жира, мг КОН/г.

Оперативный контроль показателя прецизионности осуществляется внутри лаборатории путем оценивания показателей приемлемости, повторяемости и смещения (с применением методики сравнения) с периодичностью, установленной в конкретной лаборатории.

14.2 Оперативный контроль показателя точности с применением контрольной методики

Роль средств контроля выполняют рабочие пробы пищевой рыбной продукции. В качестве контрольной методики (далее — методики сравнения) по [2] (пункт 5.10) выбирают метод, регламентированный ГОСТ 7636, либо другими нормативными и методическими документами, действующими на предприятии. При использовании контрольной процедуры для контроля точности с применением методики сравнения необходимо соблюдать условия, установленные [2] (подпункт 5.10.1.1).

При реализации контрольной процедуры получают в одинаковых условиях результаты контрольных измерений $\overline{X}$ и $\overline{X}_k$ в одной и той же рабочей пробе пищевой рыбной продукции по настоящей (контролируемой) методике измерений (в соответствии с разделами 10 и 11) и методике сравнения соответственно.

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле

$$K_k = \overline{X} - \overline{X}_k, \quad (11)$$

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_k}}, \quad (12)$$

где $\Delta_{\overline{X}}$ — значение показателя точности (абсолютная погрешность при доверительной вероятности $P = 0,95$) при реализации настоящей (контролируемой) методики измерений в лаборатории, рассчитанное по формуле (9), мг КОН/г;

$\Delta_{\overline{X}_k}$ — значение показателя точности (абсолютная погрешность при доверительной вероятности $P = 0,95$) при реализации методики сравнения в лаборатории, мг КОН/г.

Сопоставляют результат контрольной процедуры с нормативом контроля.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \le K, \quad (13)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (13) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14.3 Контроль стабильности

Результаты измерений, полученные при контроле показателя точности (погрешности) результатов измерений, могут быть использованы при реализации контроля стабильности результатов измерений кислотного числа жира. Процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

15 Протокол испытаний

Протокол испытаний — по ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 (подраздел 7.8).

Библиография

[1]	Технический регламент Евразийского экономического союза ТР ЕАЭС 040/2016	О безопасности рыбы и рыбной продукции
[2]	РМГ 76—2014	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 664.951.014:543(083.7):006.354

ОКС 67.120.30
67.050

Ключевые слова: пищевая рыбная продукция, кислотное число жира, титриметрический метод, проба, навеска, индикатор, гидроокись калия, гидроокись натрия, экстракция, титрование

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 07.06.2024. Подписано в печать 18.06.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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