ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения жира

СТ РК 1485-2005

Издание официальное

**Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан**

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием « Научно-производственный центр перерабатывающей и пищевой промышленности» Министерства сельского хозяйства Республики Казахстан, Техническим комитетом по стандартизации « Продукты питания» - ТК №31

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 12 декабря 2005 года № 498

3 Настоящий стандарт гармонизирован посредством применения стандарта ИСО 1443-73 (А) « Мясо и мясные продукты. Метод определения общего содержания жира» в части, касающейся определения общего жира по Сокслету

4 В настоящем стандарте реализованы нормы законов Республики Казахстан: "О техническом регулировании", "О защите прав потребителей", "О языках в Республике Казахстан", " О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения", «О качестве и безопасности пищевых продуктов»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2010 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Республики Казахстан без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Отбор и подготовка проб	2
4	Метод определения жира с использованием фильтрующей делительной воронки	2
5	Метод определения жира с использованием устройства марки Я10-ФУС	4
6	Метод определения жира с использованием экстракционного аппарата Сокслета	6
Приложение А	Единицы величин	8
Приложение Б	Библиография	9

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Методы определения жира

Дата введения 2007.01.01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо и мясные продукты (кроме мясных консервов) и устанавливает методы ускоренного определения жира и метод определения жира с использованием экстракционного аппарата Сокслета.

Методы основаны на извлечении общего жира, содержащегося в мясе и мясных продуктах:

смесью хлороформа и этилового спирта в фильтрующей делительной воронке;

хлороформом после обработки пробы ацетоном в фильтрующем устройстве марки Я10-ФУС;

гексаном или петролейным эфиром температурой кипения от 50 до 60 ^{0}С в экстракционном аппарате Сокслета.

Стандарт соответствует ИСО 1443-73 (А) в части, касающейся определения общего жира по Сокслету.

Количество извлеченного жира определяют путем взвешивания.

Стандарты Российской Федерации, приведенные в настоящем стандарте применяются в порядке, установленном в СТ РК 1.9.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК 1.9-2003 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных нормативных документов по стандартизации, метрологии, сертификации и аккредитации.

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия.

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 4025-95 Мясорубки бытовые. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 7269-79 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести.

ГОСТ 9792-73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия.

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия.

ГОСТ 20469-95 Электромясорубки бытовые. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

Издание официальное

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (достоверность и сходимость) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ Р 51447-99 (ИСО 3100-1-91) Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб.

3 Отбор и подготовка проб

3.1 Отбор проб мяса – по ГОСТ 7269, отбор проб мясных продуктов – по ГОСТ 9792. Отобранные пробы мяса и мясных продуктов дважды измельчают на бытовой или электрической мясорубке и тщательно перемешивают.

Пробу колбас нарезают острым ножом на круговые ломтики толщиной не более 1 мм, после чего их режут на полоски и рубят ножом так, чтобы размер частиц пробы был не более 1 мм, затем тщательно перемешивают.

3.2 Подготовленную для анализа пробу помещают в стеклянную банку вместимостью 200 $см^3$, заполняют ее полностью и закрывают крышкой.

Пробу хранят при температуре $(4\pm1)^0$С до окончания анализа. Срок хранения пробы для испытаний должен быть не более 24 ч.

4 Метод определения жира с использованием фильтрующей делительной воронки

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025.

Электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Весы лабораторные общего назначения 2- го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,001 г по ГОСТ 24104.

Шкаф сушильный лабораторный.

Баня водяная.

Штатив химический.

Стаканчики типа СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Бюксы металлические диаметром 50 мм, высотой от 25 до 35 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Воронка фильтрующая делительная со шлифом и с впаянным стеклянным фильтром №2 или 3.

Приемник стеклянный с краном и со шлифом диаметром, соответствующим диаметру делительной воронки.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-2-20 по действующей нормативной документации.

Цилиндр 1-25 по ГОСТ 1770.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Кальций хлористый по действующей нормативной документации

4.2 Проведение испытания

4.2.1 Навеску продукта массой (2,0 ±0,2) г взвешивают на весах в стаканчике или бюксе. Затем количественно переносят в фильтрующую делительную воронку (рис.1), приливают 20 $см^3$ экстрагирующей смеси, состоящей из хлороформа и этилового спирта в

соотношении 2:1, и проводят экстракцию, встряхивая воронку в течение 2 мин (примерно от 75 до 80 качаний).

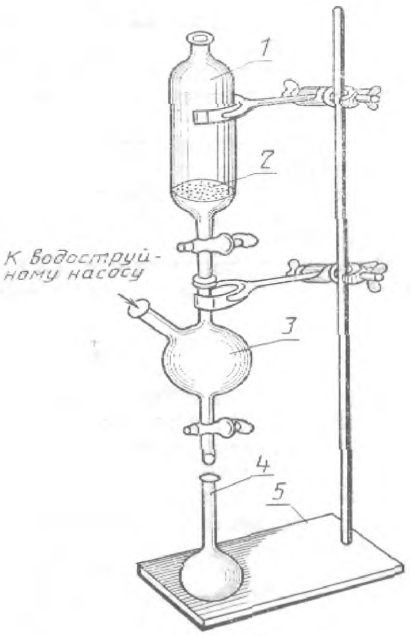

Рисунок 1

1-фильтрующая деятельная воронка; 2- стеклянный впаянный фильтр № 2 или 3; 3- приемник; 4- мерная колба вместимостью 50 см^3; 5- штатив.

Если жир определяют в полукопченых, варено-копченых, сырокопченых колбасах, то перед проведением экстракции навеску нужно предварительно настоять с экстрагирующей смесью в течение 5 мин. Полученный экстракт с помощью водоструйного насоса отсасывают в присоединенный к воронке приемник, а из него переливают в мерную колбу.

Затем проводят экстракцию, аналогичную первой, еще два раза, приливая не менее 10 см^3 экстрагирующей смеси. По окончании третьей экстракции воронку и приемник ополаскивают 5 см^3 экстрагирующей смеси. Все три экстракта и промывную жидкость, собранные в мерной колбе, доводят до метки экстрагирующей смесью. Смесь тщательно перемешивают. Затем отбирают пипеткой 20 см^3 экстракта, используя резиновую грушу, и переносят в предварительно высушенную и взвешенную бюксу. Для удаления растворителей бюксу нагревают на водяной бане до исчезновения запаха растворителей.

Бюксу с жиром сушат не менее 10 мин при температуре (103 ±2)^{0}С, охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием до комнатной температуры и взвешивают на весах.

4.2.2 Определение нелипидных примесей

В бюксу с подсушенной навеской жира приливают пипеткой 10 см^3 хлороформа и не менее чем через 5 мин хлороформный раствор сливают. Такое отделение липидов растворением повторяют аналогично еще два раза. После этого бюксу помещают в сушильный шкаф и подсушивают не менее 5 мин при температуре (103±2)^{0}С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Массовую долю жира (Х) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 50}{m \cdot 20} \cdot 100 \quad (1)$$

где m_1 – масса бюксы с жиром, г;

m_2 – масса бюксы с нелипидной фракцией, г;

50 – общий объем экстракта, $см^3$;

m – масса навески, г;

20 – объем экстракта, отобранный для высушивания, $см^3$.

Вычисления проводят с погрешностью ±0,1%.

4.3.2 За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5% при выполнении анализов в одной лаборатории и 1% - при выполнении анализов в разных лабораториях (Р=0,95).

Единицы физических величин приведены согласно международной системе СИ, в соответствии приложения А

5 Метод определения жира с использованием устройства марки Я10-ФУС

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Устройство марки Я10-ФУС для экстрагирования жира из пищевых продуктов.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025.

Электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Весы лабораторные общего назначения, 1 и 2-го классов точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,001 г по ГОСТ 24104.

Воронка В-36-50ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 1-2-20 по действующей нормативной документации.

Колба мерная 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Стаканчики СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или фильтры беззольные бумажные.

Шкаф сушильный лабораторный.

Баня водяная.

Аппарат для встряхивания жидкостей в колбах и пробирках универсальный.

Кальций хлористый по действующей нормативной документации.

5.2 Проведение испытания

5.2.1 Навеску продукта массой (2,0 ±0,2) г взвешивают на весах в стаканчике или бюксе. Навеску количественно переносят в стакан для пробы устройства марки Я10-ФУС (рис.2), приливают от 1,2 до 1,5 $см^3$ ацетона, разминают анализируемую пробу стеклянной палочкой, вставляют выжимной стакан в стакан для пробы. Предварительно на перфорированное дно выжимного стакана надевают бумажный фильтр, разрезанный по радиусу, и зажимают фильтр съемным кольцом. Фиксируют выжимной стакан полукольцом, стаканы закрывают крышкой, устанавливают в аппарат для встряхивания и встряхивают от 2 до 3 мин. Затем снимают полукольцо и крышку, помещают стакан для

пробы с выжимным стаканом в держатели так, чтобы фланцы емкостей входили в держатели. При этом стакан для пробы вставляют по боковым срезам и разворачивают, надежно фиксируя стаканы в верхнем и нижнем держателях. Передвигая выжимной стакан с помощью маховика с винтом, отжимают пробу и водно-ацетоновый раствор отбрасывают. Поворотом маховика выжимной стакан поднимают на высоту от 1 до 2 см, извлекают стаканы из держателей, а выжимной стакан из стакана для пробы и вновь разминают пробу стеклянной палочкой.

Полученный остаток продукта обрабатывают (12±1) $см^3$ хлороформа, встряхивают от 2 до 3 мин в стакане для пробы с выжимным стаканом, полукольцом и крышкой. Хлороформный экстракт жира отделяют также, как и водно-ацетоновый раствор, фильтруя в мерную колбу через складчатый бумажный фильтр, помещенный в воронку. Затем остаток продукта отмывают еще два раза, прибавляя последовательно (19 ±1) и (14±1) $см^3$ хлороформа и встряхивая от 2 до 3 мин. Хлороформные растворы фильтруют в мерную колбу. Стеклянную палочку и складчатый фильтр промывают небольшими порциями хлороформа, доводя экстракт в мерной колбе до 50 $см^3$. Смесь тщательно перемешивают.

Для определения массовой доли жира отбирают пипеткой не менее 20 $см^3$ хлороформного раствора, используя резиновую грушу, и переносят в предварительно высушенную и взвешенную бюксу. Нагревают бюксу с экстрактом на водяной бане до исчезновения запаха растворителя, затем выдерживают ее в сушильном шкафу не менее 15 мин при температуре (103±2)^{0}С, охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием до комнатной температуры и взвешивают на весах с погрешностью не более 0,001 г.

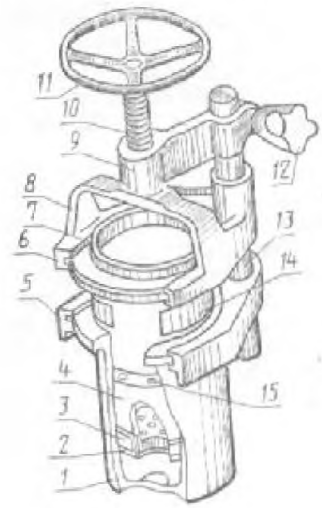

Рисунок 2

1-стакан для пробы; 2-бумажный фильтр; 3- съемное кольцо; 4- стакан выжимной; 5- держатель нижний; 6- держатель верхний; 7- крышка; 8- скоба держателя верхнего; 9- кронштейн; 10- винт; 11- маховик; 12- рукоятка; 13- направляющая; 14- полукольцо; 15- канавка с отверстиями.

5.3 Обработка результатов

6.3.1 Массовую долю жира (Х) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 50}{m \cdot 20} \cdot 100 \quad (2)$$

где m_1 – масса бюксы с жиром, г;

m_2 - масса пустой бюксы, г;

m – масса навески, г;

50 – общий объем экстракта, $см^3$;

20 – объем экстракта, отобранный для высушивания, $см^3$.

Вычисления проводят с погрешностью ±0,1%.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5% при выполнении анализов в одной лаборатории и 1% - при выполнении анализов в разных лабораториях. (P=0,95). Для исключения систематической погрешности используют поправку +5% относительно измеряемой величины, и окончательный результат записывают в следующем виде: X_1±0,5%, P=0,95, где X_1 – среднее арифметическое по данному методу.

Единицы физических величин приведены согласно международной системе СИ, в соответствии приложения А.

6 Метод определения жира с использованием экстракционного аппарата Сокслета

6.1 Аппаратура, материалы и реактивы

6.1.1 Аппарат Сокслета с экстракционной колбой вместимостью 150 $см^3$.

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025.

Электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Весы лабораторные общего назначения 1 и 2-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,001 г по ГОСТ 24104.

Плитка электрическая с закрытой спиралью.

Часовое стекло или чашка Петри.

Кальций хлористый по действующей нормативной документации.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кусочки фарфора.

Вата обезжиренная.

Гексан.

Эфир петролейный температурой кипения от 40 до 60^0С или эфир этиловый по действующей нормативной документации.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., плотностью 1,19 г/$см^3$, раствор c (HCl)=4 моль/$дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага синяя лакмусовая реактивная.

Сетка или полотно асбестовые.

Колба 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

6.2 Проведение испытания

6.2.1 От 4 до 5 г пробы взвешивают на весах в колбе. Добавляют в колбу с пробой 50 $см^3$ 4 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты, накрывают колбу небольшим часовым стеклом и нагревают содержимое на асбестовой сетке на газовой горелке или на асбестовом полотне на электрической плитке с закрытой спиралью до начала кипения. Затем продолжают кипячение при слабом нагреве не менее 1 ч периодически встряхивая, и добавляют не менее 150 $см^3$ горячей дистиллированной воды температурой не более

80^0С. Содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр, помещенный в воронку.

Колбу и часовое стекло промывают три раза (25±5) $см^3$ горячей дистиллированной водой температурой не более 80 ^{0}С и сушат в сушильном шкафу при температуре (103±2)^{0}С. После промывки фильтра горячей водой до отсутствия изменения цвета синей лакмусовой бумажки, фильтр помещают на часовое стекло или чашку Петри и сушат не менее 1 ч в сушильном шкафу при температуре (103 ±2)^{0}С. Охлажденный фильтр вставляют в экстракционную гильзу. Удаляют следы жира с часового стекла и чашки Петри ватой, увлажненной растворителем для экстрагирования, и помещают вату в гильзу. Фильтровальную бумагу, гильзу и вату переносят либо с помощью щипцов, либо с помощью бумажных колпачков.

Гильзу вставляют в экстракционный аппарат. Высушенную колбу, в которой осуществлялась обработка продукта соляной кислотой, промывают растворителем для экстрагирования жира. Промывную жидкость переносят в экстракционную колбу аппарата Сокслета. Предварительно экстракционную колбу с несколькими кусочками фарфора для равномерного кипения выдерживают не менее 1 ч в сушильном шкафу при температуре (103±2)^{0}С, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе с хлористым кальцием и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

В экстракционную колбу вливают растворитель, общее количество которого должно превышать в полтора – два раза вместимость экстракционного аппарата. Нагревают экстракционную колбу на водяной или песчаной бане не менее 4 ч (за 1 ч должно быть не менее 5-6 и не более 8-10 сливов экстракта).

После извлечения жира экстракционную колбу отсоединяют от экстракционного аппарата и отгоняют растворитель. Экстракционную колбу сушат не менее 1 ч в сушильном шкафу при температуре (103 ±2)^{0}С и после охлаждения в эксикаторе до комнатной температуры взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. Процедуру высушивания повторяют до тех пор, пока расхождение двух последовательных взвешиваний не будет превышать 0,1% массы пробы, взятой для анализа.

Полноту экстрагирования проверяют, взяв вторую экстракционную колбу и экстрагируя не менее 1 ч новой порцией растворителя. Увеличение массы жира не должно превышать 0,1% массы пробы, взятой для анализа.

6.3 Обработка результатов

6.3.1 Массовую долю жира (Х) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m} \quad (3)$$

где m – масса пробы, взятая для анализа, г;

m_1 – масса экстракционной колбы с кусочками фарфора, г;

m_2 – масса экстракционной колбы с кусочками фарфора и жиром после высушивания, г.

Вычисления производят с погрешностью ±0,1%.

6.3.2 За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5%, при выполнении анализов в одной лаборатории и 1% - при выполнении анализов в разных лабораториях (Р=0,95).

Единицы физических величин приведены согласно международной системе СИ, в соответствии приложения А.

Приложение А
(справочное)

Единицы величин

Величина	Единица		
	Наименование	Обозначение	
		международные	русское
Основные единицы СИ			
Длина	метр	m	м
Масса	килограмм	kg	кг
Время	секунда	s	с
Сила электрического тока	ампер	A	А
Термодинамическая температура	кельвин	K	К
Количество вещества	моль	mol	моль
Сила света	кандела	cd	кд
Дополнительные единицы СИ			
Плоский угол	радиан	rad	рад
Телесный угол	стерадиан	sr	ср

Производные единицы СИ, имеющие специальные наименования

Величина	Единица			Выражение через основные и дополнительные единицы СИ
	Наименование	Обозначение		
		Международное	русское	
Частота	герц	Hz	Гц	$с^{-1}$
Сила	ньютон	N	Н	$м \cdot кг \cdot с^{-2}$
Давление	паскаль	Pa	Па	$м^{-1} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Энергия	джоуль	J	Дж	$м^{2} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Мощность	ватт	W	Вт	$м^{2} \cdot кг \cdot с^{-2}$
Количество электричества	кулон	C	Кл	$с \cdot А$
Электрическое напряжение	вольт	V	В	$м^{2} \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-1}$
Электрическая емкость	фарад	F	Ф	$м^{-2} \cdot кг^{-1} \cdot с^{4} \cdot А^{2}$
Электрическое сопротивление	ом	Ω	Ом	$м^{2} \cdot кг \cdot с^{-3} \cdot А^{-2}$
Электрическая проводимость	сименс	S	См	$м^{-2} \cdot кг^{-1} \cdot с^{3} \cdot А^{2}$
Поток магнитной индукции	вебер	Wb	Вб	$м^{2} \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Магнитная индукция	тесла	T	Тл	$кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-1}$
Индуктивность	генри	H	Гн	$м^{2} \cdot кг \cdot с^{-2} \cdot А^{-2}$
Световой поток	люмен	lm	лм	$кд \cdot ср$
Освещенность		lx		
Активность радионуклида	беккерель	Bq	Бк	$с^{-1}$
Поглощенная доза ионизирующего излучения	грэй	Gy	Гр	$м^{2} \cdot с^{-2}$
Эквивалентная доза излучения	зиверт	Sv	Зв	$м^{2} \cdot с^{-2}$

Приложение Б
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 1443:1973 Мясо и мясные продукты. Метод определения общего содержания жира.

УДК 637.5:543.06:006.354 **МКС 67.120.10** **КПВЭД 15.1**

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, продукты животного происхождения, пищевые продукты, мясо, мясо птицы, мясные продукты, испытания, определение содержания жира, арбитражный метод

gost.e-ecolog.ru