ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54607.8— 2016

Услуги общественного питания

МЕТОДЫ ЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ ПРОДУКЦИИ ОБЩЕСТВЕННОГО ПИТАНИЯ

Часть 8

Ускоренные методы контроля

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 347 «Услуги торговли и общественного питания»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 сентября 2016 г. № 1027-ст

4 Настоящий стандарт разработан на основе «Методических указаний по лабораторному контролю качества продукции общественного питания», рекомендованных Министерством торговли СССР от 11 ноября 1991 г. № 1-40/3805, одобренных Министерством здравоохранения СССР от 23.10.1991 № 122-5/72

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 Требования к помещениям и условиям окружающей среды 2
4 Требования безопасности 2
5 Требования к компетентности специалистов 2
6 Общие положения 2
7 Ускоренные методы контроля 2
7.1 Рефрактометрический метод определения сухих веществ 2
7.2 Ускоренный метод определения жира (рефрактометрический метод) 6
7.3 Ускоренный экстракционно-весовой метод определения жира 9
7.4 Оформление результатов 11
7.5 Контроль точности результатов 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Услуги общественного питания

МЕТОДЫ ЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ ПРОДУКЦИИ ОБЩЕСТВЕННОГО ПИТАНИЯ

Часть 8

Ускоренные методы контроля

Public catering services. Methods of laboratory quality control of products catering. Part 8. Rapid-methods of control

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукцию общественного питания.

Настоящий стандарт устанавливает ускоренные методы контроля сухих веществ и жира в блюдах и кулинарных изделиях, в том числе: рефрактометрический метод определения сухих веществ, ускоренный метод определения жира (рефрактометрический метод); ускоренный экстракционно-весовой метод определения жира.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9412—93 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 10576—74 Часы песочные любого номинала

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

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

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ Р 53228—2008 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54607.1—2011 Услуги общественного питания. Методы лабораторного контроля продукции общественного питания. Часть 1. Отбор проб и подготовка к физико-химическим испытаниям

Издание официальное

ГОСТ Р 54607.2—2012 Услуги общественного питания. Методы лабораторного контроля продукции общественного питания. Часть 2. Методы физико-химических испытаний

ГОСТ Р 55878—2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

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 дата 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 Требования к помещениям и условиям окружающей среды

Требования к помещениям и условиям окружающей среды испытательных лабораторий должны соответствовать требованиям ГОСТ Р 54607.2—2012, раздел 4.

4 Требования безопасности

Требования безопасности при проведении испытаний в испытательных лабораториях должны соответствовать требованиям ГОСТ Р 54607.2—2012, раздел 5.

5 Требования к компетентности специалистов

Требования к компетентности специалистов испытательных лабораторий должны соответствовать требованиям ГОСТ Р 54607.2—2012, раздел 6.

6 Общие положения

Выбор конкретных методов определения сухих веществ и влаги в кулинарных изделиях и блюдах конкретных видов и наименований устанавливают в соответствии с ГОСТ Р 54607.2—2012 (таблица 6), за исключением напитков собственного приготовления.

7 Ускоренные методы контроля

7.1 Рефрактометрический метод определения сухих веществ

7.1.1 Основные положения

Данный метод применяют для определения массовой доли сухих веществ в продукции общественного питания с высоким содержанием сахара в сладких блюдах (плодово-ягодных и молочных киселях и желе, муссах на желатине, самбуках и т. п.).

7.1.2 Сущность метода

Метод основан на зависимости показателя преломления (массовой доли сухих веществ) испытуемого раствора от концентрации сахарозы.

7.1.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда и материалы

Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах массовой доли сухих веществ, с ценой деления 0,5 % и пределом абсолютной основной допускаемой погрешности ±0,25 %.

Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах показателя преломления, с ценой деления не более 0,001 и пределом основной допускаемой погрешности ±0,0002.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г или весы лабораторные, прошедшие процедуру

утверждения типа и внесенные в Государственный реестр средств измерений, с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г, поверенные в установленном порядке.

Термостат лабораторный с диапазоном температур от 20 °С до 100 °С с погрешностью ±0,02 °С.

Баня водяная с температурой нагрева до 75 °С с погрешностью ±1 °С.

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

Пипетки вместимостью 2, 10 $см^3$ с делениями по ГОСТ 29169.

Чашки фарфоровые выпарительные диаметром 4—6 см по ГОСТ 9147.

Бюкса металлическая.

Палочки стеклянные оплавленные.

Трубочка стеклянная длиной 18—20 см и диаметром 0,5—0,6 см по ГОСТ 21400.

Колбы конические $К_н$-2-(50—100)-18 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы химические В-1-(100—150) ТС по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная диаметром В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Марля медицинская по ГОСТ 9412.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается использовать другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками, а также реактивы по качеству — не ниже указанных.

7.1.4 Отбор и подготовка проб

7.1.4.1 Отбор и подготовку проб проводят в соответствии с ГОСТ Р 54607.1—2011 с учетом дополнительной подготовки проб по 7.1.4.2.

7.1.4.2 Кисель после удаления поверхностной пленки тщательно перемешивают.

Желе, муссы (без крупы), самбуки расплавляют на водяной бане, охлаждают и перемешивают.

Сироп, используемый для поливки сладких блюд, перемешивают.

7.1.5 Приготовление раствора сладких блюд для испытаний

В предварительно взвешенную бюксу помещают навеску пробы, подготовленной для исследования по 7.1.4.1, 7.1.4.2, массой 5—10 г (в зависимости от расчетной массовой доли сухих веществ). Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Добавляют равное количество дистиллированной воды и растворяют на водяной бане с температурой 60 °С—70 °С. Содержимое бюксы (раствор) охлаждают до комнатной температуры, закрывают крышкой и взвешивают.

7.1.6 Подготовка рефрактометра к испытаниям

7.1.6.1 Перед началом работы призмы рефрактометра протирают марлей или ватой, смоченной дистиллированной водой или спиртом, сушат и проверяют правильность установки рефрактометра по дистиллированной воде при температуре (20,0 ± 0,1) °С. Температуру измеряют термометром, специально укрепленным у призм рефрактометра. Установление необходимой температуры проводится путем пропускания воды с заданной температурой.

Для этого 1—2 капли дистиллированной воды помещают между призмами, затем окуляр шкалы и окуляр зрительной трубы устанавливают на резкость таким образом, чтобы поле зрения и визирные линии были четко видны.

Визирную линию окуляра шкалы устанавливают на 1,333 (показатель преломления дистиллированной воды при 20 °С) и в зрительную трубу наблюдают границу светотени по отношению к точке пересечения двух взаимно перпендекулярных визирных линий.

Если граница светотени проходит через точку пересечения визирных линий, то прибор установлен на нуль. Если нет, то при помощи специального ключа и винта ставят границу светотени на точку пересечения визирных линий.

Проверку прибора проводят при температуре призм, равной 20 °С. Температуру измеряют термометром, специально укрепленным у призм рефрактометра. Установление необходимой температуры проводится путем пропускания воды с заданной температурой.

7.1.6.2 Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах показателя преломления, регулируют таким образом, чтобы показатель преломления при температуре (20,0 ± 0,5) °С для дистиллированной воды составлял 1,333.

7.1.6.3 Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах массовой доли сухих веществ, регулируют таким образом, чтобы значение массовой доли сухих веществ при температуре (20,0 ± 0,5) °С для дистиллированной воды было равно нулю.

7.1.7 Проведение испытания

Две-три капли раствора, подготовленного для испытаний по 7.1.4 и профильтрованного через фильтровальную бумагу, помещают на рабочую неподвижную призму рефрактометра и сразу же накрывают подвижной призмой.

Осветив поле зрения надлежащим образом, с помощью регулировочного винта переводят линию разделяющую темное и светлое поле в окуляре точно на перекрестье в окошке окуляра и считывают показания прибора — массовую долю сухих веществ или показатель преломления в зависимости от градуировки используемой шкалы.

Измерение повторяют 2—3 раза и за результат единичного измерения принимают среднее арифметическое значение.

7.1.8 Обработка результатов

7.1.8.1 При проведении испытаний при температуре, разнящейся от значения 20 °С, учитывают поправки и приводят результаты испытания к температуре 20 °С.

7.1.8.2 При измерениях по шкале, градуированной в значениях массовой доли сухих веществ, учитывают температурные поправки, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 — Поправки на температуру для рефрактометрического определения массовой доли сухих веществ

Температура, °С	Поправка при массовой доли сухих веществ в продукте, %, свыше									
	0	5	10	15	20	25	30	40	50	60
От показаний рефрактометра следует отнять										
15	0,27	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,37	0,38	0,39
16	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,30	0,31
17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,23	0,23
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16
19	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08
К показаниям рефрактометра следует прибавить										
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16
23	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24
24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32
25	0,33	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40
26	0,40	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,47	0,48	0,48	0,48
27	0,48	0,50	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56
28	0,56	0,57	0,60	0,61	0,62	0,63	0,63	0,64	0,64	0,64
29	0,64	0,66	0,68	0,69	0,71	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73
30	0,72	0,74	0,77	0,78	0,79	0,80	0,80	0,81	0,81	0,81

7.1.8.3 При измерениях по шкале, градуированной в значениях показателя преломления, показатель преломления раствора при 20 °С (n_D^{20}) вычисляют по формуле

$$n_D^{20} = n_D^t + 0{,}0013(t - 20), \quad (1)$$

где n_D^t — показатель преломления раствора при температуре (t) измерения;

0,0013 — значение изменения показателя преломления раствора при изменении температуры на 1 °С;

t — температура, при которой проводились измерения, °С.

Полученные значения показателя преломления n_D^{20} переводят в значения массовой доли сухих веществ в соответствии с данными, приведенными в таблице 2.

Таблица 2 — Определение массовой доли сухих веществ по показателям преломления

Показатель преломления при 20 °С	Массовая доля сухих веществ, %	Показатель преломления при 20 °С	Массовая доля сухих веществ, %	Показатель преломления при 20 °С	Массовая доля сухих веществ, %	Показатель преломления при 20 °С	Массовая доля сухих веществ, %
1,3330	0,0	1,3456	8,5	1,3598	17,5	1,3865	33,0
1,3337	0,5	1,3464	9,0	1,3606	18,0	1,3883	34,0
1,3344	1,0	1,3471	9,5	1,3614	18,5	1,3902	35,0
1,3351	1,5	1,3479	10,0	1,3622	19,0	1,3920	36,0
1,3359	2,0	1,3487	10,5	1,3631	19,5	1,3939	37,0
1,3367	2,5	1,3494	11,0	1,3639	20,0	1,3958	38,0
1,3374	3,0	1,3502	11,5	1,3655	21,0	1,3978	39,0
1,3381	3,5	1,3510	12,0	1,3672	22,0	1,3997	40,0
1,3388	4,0	1,3518	12,5	1,3689	23,0	1,4016	41,0
1,3395	4,5	1,3526	13,0	1,3706	24,0	1,4036	42,0
1,3403	5,0	1,3533	13,5	1,3723	25,0	1,4056	43,0
1,3411	5,5	1,3541	14,0	1,3740	26,0	1,4076	44,0
1,3418	6,0	1,3549	14,5	1,3758	27,0	1,4096	45,0
1,3425	6,5	1,3557	15,0	1,3775	28,0	1,4117	46,0
1,3433	7,0	1,3565	15,5	1,3793	29,0	1,4137	47,0
1,3435	7,1	1,3573	16,0	1,3811	30,0	1,4158	48,0
1,3441	7,5	1,3582	16,6	1,3829	31,0	1,4179	49,0
1,3446	8,0	1,3590	17,0	1,3847	32,0	1,4200	50,0

7.1.8.4 Массовую долю сухих веществ в навеске *x, %*, рассчитывают по формуле

$$x = \frac{am_1}{m}, \quad (2)$$

где a — массовая доля сухих веществ (с учетом поправки на температуру), %;

m_1 — масса растворенной навески, г;

m — масса навески, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат, округленный до первого десятичного знака, принимают среднее арифметическое двух результатов измерений, выполненных в условиях повторяемости, если соблюдается условие приемлемости по 7.5.1.

Массовую долю сухих веществ X, %, в блюде рассчитывают по формуле

$$X = \frac{XP}{100}, \quad (3)$$

где X — массовая доля сухих веществ в навеске, определенная по формуле (2), %;

P — масса блюда, г.

7.1.9 Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$:

предел повторяемости $r = 0,3$ %;

предел воспроизводимости $R = 0,5$ %;

границы абсолютной погрешности $\Delta = \pm 0,4$ %.

7.1.10 Оформление результатов измерения массовой доли сухих веществ рефрактометрическим методом

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, при этом, протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт с указанием метода измерений.

Окончательный результат определений массовой доли сухих веществ X, %, представляют в виде

$$X_{ср} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95,$$

где $X_{ср}$ — среднее арифметическое значение результатов измерений, признанных приемлемыми по 7.1.11.1, %;

Δ — значение границ абсолютной погрешности измерений массовой доли сухих веществ по 7.1.6 %.

7.1.11 Контроль точности результатов

7.1.11.1 Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли сухих веществ в анализируемых пробах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$) проводят с учетом положений ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2). Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1 и X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли сухих веществ в анализируемых пробах, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (сходимости) значения которого приведены в 7.1.8, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторное определение и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении установленного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

7.1.11.2 Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли сухих веществ в анализируемых пробах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$) проводят с учетом положений ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.3.2.1). Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le R,$$

где X_1 и X_2 — значения результатов двух определений массовой доли сухих веществ в анализируемых пробах, полученные в двух лабораториях условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, значения которого приведены в 7.1.6, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят процедуры в соответствии с положениями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

7.2 Ускоренный метод определения жира (рефрактометрический метод)

7.2.1 Сущность метода

Метод основан на извлечении жира из навески кулинарного изделия растворителем, определении коэффициентов преломления растворителя и раствора жира и вычислении массовой доли жира в изделии в установленном порядке.

7.2.2 Средства измерений, вспомогательные средства, посуда и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г или весы лабораторные, внесенные в Государственный реестр средств измерений, с пределами абсолютной погрешности ±0,001 г и поверенные в установленном порядке.

Влагомер Чижовой (далее — ВЧ) с диапазоном устанавливаемых температур высушивания от 50 °С до 199 °С и отклонением температуры от заданной не более ±2 °С, или другой прибор с характеристиками не ниже ВЧ.

Рефрактометр с диапазоном измерений по шкале показателей преломления от 1,2 до 1,7nD и пределами допускаемой погрешности измерений $\pm 1 \cdot 10^{-4} nD$ и ±0,1 % соответственно.

Микроизмельчитель тканей со скоростью вращения ножей 3000—5000 об/мин.

Шкаф сушильный лабораторный с диапазоном нагрева от 50 °С до 350 °С и терморегулятором обеспечивающим поддержание заданной температуры с погрешностью ±0,5 °С.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498.

Часы песочные по ГОСТ 10576.

Эксикатор 1-100 по ГОСТ 25336.

Пипетка 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1-(250-500) ТС по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Ступка фарфоровая диаметром не более 70 мм с пестиком или чашка выпаривательная 1, 2 или 3 по ГОСТ 9147.

Колбы конические с притертой пробкой $К_н$-2-(25-50-100)-18 ТХС по ГОСТ 25336.

Пробирка П1-16-150 ХС по ГОСТ 25336.

Баня песочная, обеспечивающая нагревание от 20 °С до 170 °С.

Стеклянная палочка.

Растворитель альфа-бромнафталин (монобромнафталин) с показателем преломления около 1,66.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878.

Эфир этиловый (обезвоженный) по ГОСТ 22300.

Эфир петролейный.

Альфа-хлорнафталин с показателем преломления около 1,63.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.2.3 Отбор и подготовка проб

7.2.3.1 Отбор и подготовку проб проводят в соответствии с ГОСТ Р 54607.1—2011 с учетом дополнительной подготовки проб по 7.2.3.2.

7.2.3.2 Измельченные блюда по ГОСТ Р 54607.1—2011 (подраздел 5.2) гомогенизируют в размельчителе тканей.

7.2.4 Подготовка к испытанию

Подготовку рефрактометра к работе осуществляют по 7.1.5.

7.2.5 Проведение испытания

В фарфоровую ступку с прокаленным песком (1—2 г) помещают пробу, подготовленную для исследования по 7.2.3.1, 7.2.3.2, при массовой доли жира более 30 % массой 0,5 г; от 20 % до 30 % массой 0,75; от 10 % до 20 % массой 1,0 г; от 5 % до 10 % массой 1,5 г; менее 5 % массой (2,0—5,0) г. Пробу подсушивают на песочной бане до полного испарения влаги. Навеску растирают пестиком 2—3 мин, затем градуированной пипеткой приливают 2 $см^3$ растворителя и вновь все растирают в течение 3 мин, а затем фильтруют содержимое через бумажный фильтр в пробирку. Фильтрат перемешивают стеклянной палочкой 2 капли фильтрата наносят на призму рефрактометра, предварительно протерев призмы спиртом, термостатируют 2—3 мин и регистрируют значение показателя преломления. Одновременно отмечают температуру с точностью до 0,1 °С. Определение повторяют 2—3 раза и за результат единичного измерения принимают среднее арифметическое значение.

Во избежание испарения растворителя продолжительность фильтрации и определение показателя преломления не должны превышать 30 мин.

Коэффициент преломления приводят к 20 °С с внесением температурной поправки (см. таблицу 3).

Таблица 3 — Поправка при рефрактометрическом определении показателя преломления жира для температур от 15 °С до 35 °С

Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка
От найденного показателя преломления отнять			
15,0	0,0017	17,5	0,0008
15,5	0,0015	18,0	0,0007
16,0	0,0014	18,5	0,0005
16,5	0,0012	19,0	0,0003
17,0	0,0010	19,5	0,0002
К найденному показателю преломления прибавить			
20,5	0,0002	23,5	0,0012
21,0	0,0004	24,0	0,0014
21,5	0,0005	24,5	0,0016
22,0	0,0007	25,0	0,0018
22,5	0,0009	25,5	0,0019
23,0	0,0011	26,0	0,0021

Окончание таблицы 3

Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка
26,5	0,0023	31,0	0,0038
27,0	0,0024	31,5	0,0040
27,5	0,0026	32,0	0,0042
28,0	0,0028	32,5	0,0043
28,5	0,0030	33,0	0,0045
29,0	0,0031	33,5	0,0047
29,5	0,0033	34,0	0,0049
30,0	0,0035	34,5	0,0050
30,5	0,0037	35,0	0,0052

Поправку на температуру можно не вводить, если одновременно с исследуемой пробой (то есть при одинаковой температуре) определять коэффициент преломления чистого растворителя. Температурные поправки на коэффициент преломления монобром- или монохлорнафталина и раствора жира в нем практически одинаковы, поэтому разность коэффициентов преломления растворителя и жира при одной и той же температуре равна разности коэффициентов преломления их, определенных при 20 °С.

7.2.6 Обработка результатов измерений

Массовую долю жира X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_р \cdot \rho_ж^{20}}{m \cdot 1000} \cdot \frac{П_р - П_ж}{П_{р.ж} - П_ж} \cdot 100, \quad (4)$$

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

$\rho_ж^{20}$ — плотность жира при 20 °С, кг/м^3 (см. таблицу 2);

$П_р$ — показатель преломления растворителя;

$П_{р.ж}$ — показатель преломления раствора жира в растворителе;

$П_ж$ — показатель преломления жира (см. таблицу 2);

m — масса навески продукта, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат, округленный до первого десятичного знака, принимают среднее арифметическое двух результатов измерений, выполненных в условиях повторяемости, если соблюдается условие приемлемости по 7.5.1.

Массовую долю жира X_1, %, в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \quad (5)$$

где X — массовая доля жира, %;

W — массовая доля влаги в исследуемом продукте, %.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением окончательного результата до первого десятичного знака.

Примечания

1 При вычислении массовой доли жира пользуются показателями преломления и плотности жиров (см. таблицу 4).

2 Если в исследуемом продукте находится смесь жиров, то показатель преломления и плотность допускается определять расчетным путем.

Показатель преломления смеси жиров допускается также определять экстрагированием жира из исследуемого продукта следующим образом: 5—10 г измельченного продукта смешивают с 15—20 см^3 этилового или петролейного эфира, хлороформа или четыреххлористого углерода, взбалтывают в течение 10 мин, вытяжку профильтровывают в колбу, растворитель полностью отгоняют, остаток подсушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С—105 °С в течение 30 мин и определяют показатель преломления смеси жиров с учетом поправки на температуру.

3 Для неизвестных жира и смеси жиров плотность принимают равной 930 кг/м^3.

4 Если исследуемый продукт содержит более 5 % воды, то ступку с навеской помещают в сушильный шкаф и подсушивают навеску при температуре 100 °С —105 °С в течение 30 мин, затем в ступку, после ее охлаждения до комнатной температуры, приливают микропипеткой растворитель.

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

Таблица 4 — Показатели преломления и плотности жиров (смеси жиров) при 20 °С

Наименование жира	Плотность жира при 20 °С $\rho_{ж}^{20}$, кг/м^3	Показатель преломления жира при 20 °С, $П_ж$
Масло коровье	930,0	1,4637
Масло кукурузное	920,0	1,4745
Жир кулинарный	926,0	1,4724
Масло кунжутное	918,0	1,4730
Маргарин	928,0	1,4690
Масло ореховое: из арахиса кешью миндаля фундука	 914,0 912,0 912,0 912,0	 1,4704 1,4692 1,4707 1,4706
Масло ядра абрикосовой косточки	918,0	1,4715
Масло подсолнечное	924,0	1,4736
Жир свиной топленый	917,0	1,4712
Масло соевое	922,0	1,4756

7.2.7 Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$:

предел повторяемости $r = 0,5$ %;

предел воспроизводимости $R = 0,8$ %;

границы абсолютной погрешности $\Delta = \pm 0,6$ %.

7.2.8 Оформление результатов проводят по 7.4.

7.3 Ускоренный экстракционно-весовой метод определения жира

7.3.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции жира смесью хлороформа и этилового спирта в фильтрующей делительной воронке с последующим определением его массы в полученном экстракте после удаления растворителя.

7.3.2 Средства измерений, вспомогательные средства, посуда и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г или весы лабораторные, внесенные в Государственный реестр средств измерений, с пределами абсолютной погрешности ±0,001 г, поверенные в установленном порядке.

Шкаф сушильный лабораторный с диапазоном нагрева от 50 °С до 350 °С и терморегулятором, обеспечивающим поддержание заданной температуры с погрешностью ±0,5 °С.

Микроизмельчитель тканей со скоростью вращения ножей 3000—5000 об/мин.

Баня электрическая песочно-водяная, обеспечивающая нагревание от 20 °С до 170 °С.

Штатив химический.

Пипетка 1-2-20 по ГОСТ 29227.

Цилиндр мерный 2-100-1 по ГОСТ 1770.

Колба мерная 2-5-2 по ГОСТ 1770.

Бюксы стеклянные (стаканчики для взвешивания) СВ 14/8 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.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878.

7.3.3 Отбор и подготовка проб

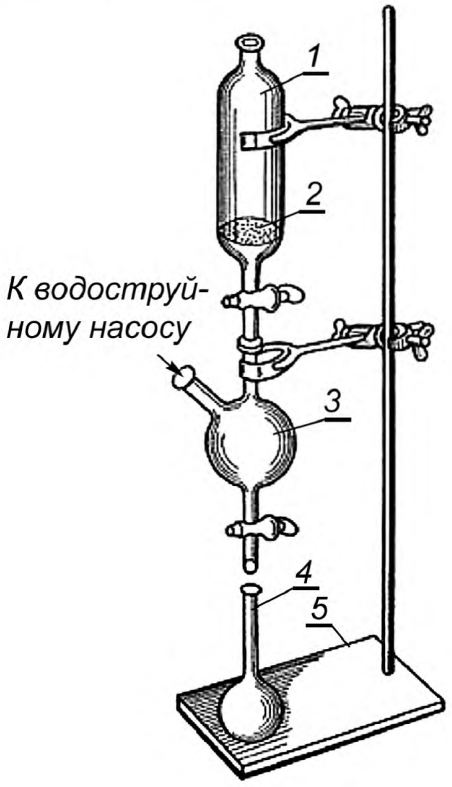
7.3.3.1 Отбор и подготовку проб проводят в соответствии с ГОСТ Р 54607.1—2011 с учетом дополнительной подготовки проб по 7.3.3.2.

7.3.3.2 Измельченные блюда по ГОСТ Р 54607.1—2011 (подраздел 5.2) гомогенизируют в размельчителе тканей. При необходимости блюда и изделия, содержащие животный жир, предварительно подогревают.

7.3.4 Подготовка к испытанию

Готовят экстрагирующую смесь, смешивая хлороформ с этиловым спиртом в соотношении 1:2.

Собирают установку для экстрагирования жира, как показано на рисунке 1. В приемник вносят 2—3 см^3 экстрагирующей смеси.



1 — фильтрующая делительная воронка; *2* — стеклянный впаянный фильтр № 2 или 3; *3* — приемник; *4* — мерная колба вместимостью 50 см^3; *5* — штатив

Рисунок 1 — Установка для экстрагирования жира

Примечание — После многократного использования фильтрующей делительной воронки в случае замедления скорости фильтрации проводят регенерацию стеклянного фильтра: промывают воронку водой, заливают 50—100 см^3 смеси из равных объемов азотной и серной кислот и оставляют с открытым краном для стекания смеси. Через 10—12 ч воронку промывают проточной водопроводной водой, соединяют с приемником и снова промывают при включенном отсосе последовательно 30 см^3 дистиллированной воды, а затем 30 см^3 экстрагирующей смеси.

7.3.5 Проведение испытания

7.3.5.1 Отбирают навеску пробы, подготовленной по 7.3.3.1—7.3.3.2, массой около 2 г (результаты взвешивания записывают до второго десятичного знака), помещают в делительную воронку со стеклянным фильтром, приливают по 10 см^3 экстрагирующей смеси хлороформа с этиловым спиртом в соотношении 1:2. Экстракцию проводят в течение 2 мин при встряхивании. Экстракт с помощью водоструйного насоса отсасывают в приемник, а из него в мерный цилиндр вместимостью 100 см^3. Остаток навески аналогичным способом экстрагируют еще два раза. Затем воронку и приемник промывают 20 см^3 экстрагирующей смеси. Промывные жидкости собирают в мерный цилиндр и измеряют общий объем экстракта. Из цилиндра отбирают пипеткой с грушей по 20 см^3 экстракта и переносят в предварительно высушенные и взвешенные бюксы.

Растворитель выпаривают на водяной бане до исчезновения запаха и высушивают навеску жира в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы.

Массовую долю жира X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot V \cdot 100}{20 \cdot m}, \quad (6)$$

где m_1 — масса пустой бюксы, г;

m_2 — масса бюксы с жиром, г;

m — масса навески, г;

V — общий объем экстракта, см^3;

20 — объем экстракта для определения жира, см^3.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

7.3.5.2 Пробы овощных котлет или запеканок предварительно обезвоживают спиртом. Для этого навеску массой 3 г переносят с помощью этилового спирта объемом 10 см^3 в делительную воронку со стеклянным фильтром, затем осторожно круговыми движениями перемешивают навеску со спиртом и оставляют на 10 мин до осветления жидкости над осадком. Экстракт из воронки сливают в приемник, заливают в воронку экстрагирующую смесь хлороформ-этанол и проводят экстракцию жира, удаление растворителей и высушивание бюксы по 7.5.5.1.

Для отделения нелипидных примесей в высушенную бюксу дважды приливают по 10 см^3 хлороформа и через 5 мин сливают хлороформный раствор.

Бюксу с нерастворенным осадком подсушивают в сушильном шкафу 5 мин при температуре (103 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Массовую долю жира X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_3) \cdot V \cdot 100}{20 \cdot m}, \quad (7)$$

где m_3 — масса бюксы с нелипидными примесями, г.

Остальные обозначения те же, что в формуле (6).

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат по 7.3.5.1 и 7.3.5.2, округленный до первого десятичного знака, принимают среднее арифметическое двух результатов измерений, выполненных в условиях повторяемости, если соблюдается условие приемлемости по 7.5.1.

При определении жира ускоренным экстракционно-весовым методом в расчетах минимально допустимого количества его по рецептуре учитывают потери (в процентах от общего количества чистого жира в г, введенного в блюдо) в процентах, указанных в таблице 5.

Таблица 5 — Потери жира в блюдах и изделиях

Наименование блюд и изделий	Потери жира, %
Салаты, винегреты, паштеты, масло селедочное	5
Супы и соусы	10
Блюда из мяса, птицы, рыбы, картофеля, овощей, грибов, бобовых, круп, макаронных изделий, яиц, творога и др. согласно ГОСТ Р 54607.2 (раздел 6):	
жареные, тушеные	15
отварные, запеченные	10
Гарниры с жиром, сметаной или соусом	15
Сладкие блюда, в рецептуру которых входят жиросодержащие продукты	10

7.3.6 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95:

предел повторяемости r = 0,6 %;

предел воспроизводимости R = 1,2 %;

границы абсолютной погрешности Δ = ±0,9 %.

7.3.7 Оформление результатов проводят по 7.4.

7.4 Оформление результатов

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, при этом, протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт с указанием метода измерений.

Окончательный результат определений массовой доли жира X, % представляют в виде

$$X_{ср} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95,$$

где $X_{ср}$ — среднее арифметическое значение результатов измерений, признанных приемлемыми по 7.5.1, %;

Δ — значение границ абсолютной погрешности измерений массовой доли жира, приведенное в 7.2.7, 7.3.6, %

7.5 Контроль точности результатов

7.5.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли жира в анализируемых пробах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$) проводят с учетом положений ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2). Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1 и X_2 — значения результатов двух параллельных определений массовой доли жира в анализируемых пробах, полученные в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (сходимости), значения которого приведены в таблице 6, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторное определение и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении установленного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

7.5.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли жира в анализируемых пробах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$) проводят с учетом положений ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.3.2.1). Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le R,$$

где X_1 и X_2 — значения результатов двух определений массовой доли жира в анализируемых пробах, полученные в лабораторных условиях воспроизводимости, %;

R — предел воспроизводимости, значения которого приведены в 7.2.7, 7.3.6, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят процедуры в соответствии с положениями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

УДК 658.386:006.354 ОКС 03.080.30

Ключевые слова: продукция общественного питания, ускоренные методы контроля, рефрактометрический метод определения сухих веществ, рефрактометрический метод определения жира, ускоренный экстракционно-весовой метод определения жира

Редактор *Е.А. Лежина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 06.09.2016. Подписано в печать 23.09.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,73. Тираж 35 экз. Зак. 2260.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru