ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55480— 2013

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения кислотного числа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИМП им. В.М. Горбатова Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 226 «Мясо и мясная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 360-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2018 г.

*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

© Стандартинформ, оформление, 2018

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения кислотного числа

Meat and meat products. Method for determination of acid value

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, субпродукты, жир-сырец, мясные и мясосодержащие продукты, продукты из шпика и устанавливает метод определения кислотного числа в диапазоне измерений от 0,1 до 40,0 мг гидроокиси калия на 1 г жира, содержащегося в продукте.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77* Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72** Вода дистиллированная. Технические условия

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

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 фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия.

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26678—85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

* С 1 января 2018 г. действует ГОСТ 4919.1—2016.

** В Российской Федерации с 1 июля 2019 г. будет действовать ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-181) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 835-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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

ГОСТ Р 51447—9 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р 51652—2000* Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 применен следующий термин с соответствующим определением:

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

4 Сущность метода

Метод основан на титровании свободных жирных кислот раствором гидроокиси калия (или гидроокиси натрия).

5 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки диаметром 2—3 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,1 мг.

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры (103 ± 2) °С.

Встряхиватель лабораторный с диапазоном частот колебаний платформ от 100 до 150 колебаний в минуту.

Холодильник по ГОСТ 26678.

---

* Отменен. В Российской Федерации действует ГОСТ 5962—2013.

Баня водяная, обеспечивающая регулирование температуры от 30 °С до 100 °С.
Пипетки 2-1-1-10 по ГОСТ 29227.
Цилиндры 1-10-1, 1-100-1, 1-250-1 по ГОСТ 1770.
Воронки В-36-80 ХС, В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.
Колба Кн-1-250-29/32 по ГОСТ 25336.
Стаканы В-2-150 ТС по ГОСТ 25336.
Чашки для выпаривания плоскодонные ЧПВ-2-50 по ГОСТ 25336.
Эксикатор 2-140 или 2-190 по ГОСТ 25336.
Ступка 4 по ГОСТ 9147.
Пестик 2 по ГОСТ 9147.
Колбы мерные 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.
Бюретка 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Хлороформ по ГОСТ 20015.
Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.
Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор молярной концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм^3.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.
Стандарт-титры гидроокиси калия или гидроокиси натрия.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501.
Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.
Кальций хлористый по ГОСТ 450, т.
Спирт этиловый по ГОСТ Р 51652.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ Р 51447, ГОСТ 9792.

6.2 Пробу измельчают, дважды пропуская через мясорубку по ГОСТ 4025 или ГОСТ 20469 с диаметром отверстий решетки 2—3 мм, и тщательно перемешивают.

6.3 Подготовленную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200—400 см^3 и закрывают крышкой.

Подготовленную пробу хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 24 ч после измельчения.

7 Подготовка к анализу

7.1 Приготовление растворов

7.1.1 Приготовление раствора гидроокиси калия молярной концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм^3

Взвешивают (5,61 ± 0,01) г гидроокиси калия, количественно переносят в колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре 18 °С—20 °С — не более 1 мес.

7.1.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 — по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2.2).

7.1.3 Приготовление растворов гидроокиси калия (или гидроокиси натрия) из стандарт-титров (фиксаналов)

7.1.3.1 Растворы гидроокиси калия (или гидроокиси натрия) из стандарт-титров (фиксаналов) готовят следующим образом.

Теплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вставляют воронку с вложенным в нее стеклянным бойком, острый конец которого должен быть обращен вверх. Тонкое дно ампулы разбивают ударом об острый конец бойка, пробивают верхнее углубление ампулы и все содержимое осторожным встряхиванием высыпают в колбу. Ампулу промы-

вают дистиллированной водой. Промыв ампулу, смывные воды добавляют в колбу, ампулу удаляют, раствор доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

7.1.4 Коэффициент поправки к номинальной концентрации растворов определяют в соответствии с ГОСТ 25794.1.

7.2 Подготовка проб к анализу

7.2.1 20—50 г анализируемой пробы, подготовленной по 6.2, помещают в фарфоровую ступку, добавляют 40—100 г сернокислого натрия безводного и тщательно растирают смесь пестиком до однородного состояния.

7.2.2 Пробу переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 100—150 см^3 хлороформа и закрывают пробкой. Колбу помещают на лабораторный встряхиватель и проводят экстракцию жира в течение 5 мин, дают смеси отстояться и фильтруют через бумажный фильтр.

7.2.3 10—20 г пробы жира-сырца или продукта из шпика, подготовленной по 6.2, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 100 см^3 хлороформа и закрывают пробкой. Далее экстракцию проводят по 7.2.2.

8 Проведение анализа

Определение проводят при искусственном освещении или при рассеянном дневном свете.

8.1 В стакан вместимостью 150 см^3 последовательно вносят 10 см^3 фильтрата, полученного по 7.2.2 или 7.2.3, 10 см^3 этилового спирта, одну-две капли 1 %-ного раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси калия (или гидроокиси натрия) до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

8.2 Определение массы жира

8.2.1 10 см^3 фильтрата, полученного по 7.2.2 или 7.2.3, переносят в предварительно высушенную и взвешенную чашку для выпаривания, упаривают на водяной бане при температуре не более 60 °С до полного удаления растворителя, а затем высушивают в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы.

8.2.2 Массу жира m, г, содержащегося в пробе для анализа, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса чашки с фильтратом после высушивания, г;

m_2 — масса чашки, г.

9 Обработка результатов

9.1 Кислотное число X, мг КОН/г жира, содержащегося в пробе, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 5{,}61}{m}, \quad (2)$$

где V — объем 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки к номинальной концентрации растворов;

5,61 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия, мг;

m — масса жира в анализируемой пробе, г.

Допускается при титровании раствором гидроокиси натрия использовать ту же формулу.

9.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

10 Метрологические характеристики

10.1 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Показатель точности			
	Диапазон измерений	Границы относительной погрешности ±δ*, %	Предел повторяемости (сходимости) *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %
Кислотное число, мг КОН/г жира в пробе	От 0,1 до 2,0 включ.	10	7	14
	От 2,0 до 40,0 включ.	7	5	10
* Границы относительной погрешности соответствуют стандартной неопределенности.				

10.2 Расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) *r*, значения которого приведены в таблице 1.

Результат анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в виде

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot 0,01\overline{X}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, мг КОН/г;

r — предел повторяемости, %;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг КОН/г.

10.3 Расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости, значения которого приведены в таблице 1.

Результат анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в виде

$$|X_1 - X_2| \le R \cdot 0,01\overline{X}, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, выполненных в разных лабораториях, мг КОН/г;

R — предел воспроизводимости, %.

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, выполненных в условиях воспроизводимости, мг КОН/г.

10.4 Границы интервалов, в которых относительная погрешность находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$, при соблюдении условий настоящего стандарта не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

11 Контроль точности результатов измерений

Точность метода была установлена при межлабораторном испытании, проведенном в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2.

12 Требования безопасности

12.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

12.2 Помещение, в котором проводят определение, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

12.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ Р 12.1.019.

УДК 637.5.04/.07:006.354 ОКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, мясосодержащие продукты, жир-сырец, продукты из шпика, кислотное число жира, гидроокись калия, гидроокись натрия, испытание, окисление

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 24.09.2018. Подписано в печать 27.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru