ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ(EACC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ (проект, первая редакция)

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ Метод определения перекисного числа

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Минск

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

(проект, RU, первая редакция)

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (EACC) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в EACC национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

- 1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» (ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»)
- 2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандартом)
- 3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № от)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование	Код страны по	Сокращенное наименование напионального
страны по МК(ИСО 3166)	МК(ИСО	Сокращенное наименование национального
004–97	3166) 004–97	органа по стандартизации

4 B3AMEH ΓΟCT P 54346-2011

(проект, RU, первая редакция)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Межгосударственные стандарты», а текст этих изменений— в информационных указателях «Межгосударственные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Межгосударственные стандарты».

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ Метод определения перекисного числа

Meat and meat products. Method for determination of peroxide value

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, жир-сырец, мясные и мясо-содержащие продукты, продукты из шпика (далее – продукты) и устанавливает метод определения перекисного числа в диапазоне значений от 0 до 40 ммоль активного кислорода / кг жира, содержащегося в продукте.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные 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 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*

^{*} В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019–2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

(проект, RU, первая редакция)

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

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIMLR 76–1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ ISO 3696–2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля*

ГОСТ 4025-95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4288–76 Изделия кулинарные и полуфабрикаты из рубленого мяса. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ ИСО 5725–2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений**

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике***

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

^{*} В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501–2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

^{**} В Российской Федерации действует 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».

^{***} В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

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

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 10163-76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20469-95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования**

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

ГОСТ 25794.2–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26272-98 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

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

ГОСТ 27068–86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

ГОСТ 29251–91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

^{*} В стадии пересмотра.

^{**} Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется 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 **перекисное число (ПЧ)**: Количество веществ в пробе, выраженное в пересчете на активный кислород, которые окисляют йодид калия в условиях, установленных в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия первичных продуктов окисления жира (перекисей и гидроперекисей) с йодистым калием в кислой среде и последующем количественном определении выделившегося йода титрованием йода раствором тиосульфата натрия.

5 Требования безопасности

- 5.1 Помещение, в котором проводятся испытания, должно быть оборудовано 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.
- 5.2 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.
- 5.3 При подготовке и проведении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Мясорубка механическая по ГОСТ 4025 или электрическая по ГОСТ 20469 с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,5 мм, или гомогенизатор.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIMLR 76-1 специального или высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,001 г или весы лабораторные по ГОСТ 24104 специального или высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,001 г.

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

Баня водяная, обеспечивающая регулирование температуры от 30 °C до 100 °C.

Холодильник по ГОСТ 26678.

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

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Колбы конические Kн-1-250-24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-25 или 3-25; 1-100 или 3-100; 1-250 или 3-250; 1-500 или 3-500 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-1-2-1 или 2-2-2-1, 2-1-2-5 или 2-2-2-5; 2-1-2-10 или 2-2-2-10;

2-1-2-25 или 2-2-2-25 по ГОСТ 29227.

Воронки B-36-80 XC или B-56-80 XC по ГОСТ 25336.

Чашки выпарные плоскодонные ЧВП-2-50 по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336, содержащий эффективный осушитель.

Ступка 5 по ГОСТ 9147.

Пестик 2 по ГОСТ 9147.

Бюретка 1-1-2-25-0,1 или 1-2-2-25-0,1; или 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.д.а.

(проект, RU, первая редакция)

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч.д.а.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х.ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч. ледяная.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 4288, ГОСТ 7269, ГОСТ 9792.

Проба должна быть представительной, а также без повреждений и изменений качества продукта при транспортировании и хранении.

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

7.2 Подготовка проб

Пробы измельчают, дважды пропускают через мясорубку, и тщательно перемешивают.

Подготовленную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 200–400 см³ и закрывают крышкой.

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

8 Подготовка к испытанию

8.1 Приготовление растворов

8.1.1. Приготовление 50 %-ного раствора йодистого калия

50 г йодистого калия растворяют в 50 см³ дистиллированной воды.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

8.1.2 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

10 г растворимого крахмала смешивают с 50 см³ дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 950 см³ кипящей дистиллированной воды при постоянном перемешивании и кипятят 3 мин.

8.1.3 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c (Na₂S₂O₃)=0,1 моль/дм³

8.1.3.1 Раствор тиосульфата натрия готовят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.2).

П р и м е ч а н и е — Допускается приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм 3 из стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Раствор хранят в склянке из темного стекла при температуре (20 \pm 2) $^{\circ}$ С не более 1 мес.

8.1.3.2 Определение коэффициента поправки к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия $c(Na_2S_2O_3)=0,1$ моль/дм³ проводят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.3).

8.1.4 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c (Na₂S₂O₃)=0,01 моль/дм³

Для получения раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм³ раствор тиосульфата натрия, приготовленный по 8.1.3, разбавляют в 10 раз.

Раствор готовят непосредственно перед использованием

8.2 Подготовка экстракта пробы

- 8.2.1 Пробу продукта массой 20–50 г обезвоживают, для чего помещают ее в фарфоровую ступку, добавляют 40–100 г безводного сернокислого натрия и тщательно растирают смесь пестиком до однородного состояния.
- 8.2.2 Затем смесь 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 отстоятся и фильтруют через бумажный фильтр.

FOCT

(проект, RU, первая редакция)

8.2.3 Пробы жира-сырца или продуктов из шпика массой 10–20 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 100 см³ хлороформа и закрывают пробкой. Далее экстракцию проводят по 8.2.2.

9 Проведение испытания

- 9.1. Испытания проводят при искусственном освещении или при рассеянном дневном свете.
- 9.2 В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят последовательно 10 см³ экстракта, 10–15 см³ ледяной уксусной кислоты и 1 см³ 50 %-ного свежеприготовленного раствора йодистого калия, после чего колбу сразу же закрывают, перемешивают содержимое и выдерживают в течение 5 мин в темном месте при температуре 15°C–25°C.
- 9.3 Затем в колбу приливают 100 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, добавляют 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала. При наличии перекисей и гидроперекисей раствор приобретает однородный фиолетово-синий цвет.

Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм³ до молочно-белой окраски, устойчивой в течение 5 сек.

9.4 Параллельно проводят контрольный опыт, помещая в коническую колбу вместимостью 250 см³ вместо испытуемой пробы 10 см³ дистиллированной воды.

П р и м е ч а н и е — Если на контрольный опыт израсходовано менее $0,07~{\rm cm}^3$ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $0,01~{\rm моль/дm}^3$, реактивы считают пригодными для проведения испытания.

9.5 Определение массы жира в экстракте

- 9.5.1 В предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную выпарную чашку переносят 10 см³ экстракта и упаривают на водяной бане при температуре не выше 60 °C до полного удаления растворителя, а затем высушивают в сушильном шкафу при температуре (103±2) °C до постоянной массы.
 - 9.5.2 Массу жира в экстракте m, в граммах, вычисляют по формуле

$$\mathbf{m} = \mathbf{m}_1 - \mathbf{m}_2 \tag{1}$$

где m₁ - масса чашки с жиром после высушивания, г;

m₂ - масса пустой чашки, г.

10 Обработка результатов

10.1 Перекисное число X, ммоль активного кислорода /кг жира, содержащегося в пробе, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C \cdot K \cdot 1000}{m},$$
 (2)

где V_1 – объем 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см³;

 V_2 – объем 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

С – концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, моль/дм³;

K – коэффициент поправки к титру 0,01 моль/дм 3 раствора тиосульфата натрия;

1000 – коэффициент, учитывающий пересчет результата измерения в ммоль/кг;

т – масса жира в экстракте, г;

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

10.2 За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака, если удовлетворяются условия повторяемости (сходимости).

Продукты считают свежими, если значение перекисного числа в них не превышает 10 ммоль активного кислорода/кг жира, содержащегося в продукте.

10 Метрологические характеристики

- 10.1 Точность метода установлена межлабораторными испытаниями, выполненными в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725–2 и ГОСТ ИСО 5725–6.
- 10.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности Р=0,95 приведены в таблице 1.

ГОСТ (проект, RU, первая редакция)

Таблица 1

		Показатели точности			
Наименование показателя	Диапазон измерений ПЧ, ммоль активного кислорода/кг жира	Границы относительной погрешности, ±δ, %	Предел повторяемости (сходимости), г, ммоль активного кислорода/кг жира	Предел воспроизводимости, R, ммоль активного кислорода/кг жира	
	от 0 до 5 включ.	10	$0,10 x_{cp}$	0,30 X _{cp}	
Перекисное число (ПЧ)	св. 5 до 40 включ.	5	0,05 x _{cp}	0,15 X _{cp}	

 x_{cp} — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, ммоль активного кислорода/кг жира;

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

$$|x_1 - x_2| \le r \tag{3}$$

где x_1 и x_2 – результаты двух параллельных измерений, ммоль активного кислорода/кг жира;

r – предел повторяемости, ммоль активного кислорода/кг жира.

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

$$|X_1 - X_2| \le R, \tag{4}$$

где X_1 и X_2 – результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, ммоль активного кислорода/кг жира;

R – предел воспроизводимости, ммоль активного кислорода/кг жира.

10.5 Границы относительной погрешности результатов измерений ($\pm \delta$), находящиеся с доверительной вероятностью P=0,95, при соблюдении условий настоящего стандарта, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

 $X_{\text{ф}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в разных лабораториях, ммоль активного кислорода/кг жира.

11 Контроль точности результатов измерений

- 11.1 Контроль стабильности результатов измерений (повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, по ГОСТ ИСО 5725–6 (подраздел 6.2).
- 11.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725–2. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения г приведены в таблице 1.
- 11.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725–2. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 1.

(проект, RU, первая редакция)

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 034/2013 О безопасности мяса и мясной продукции

УДК 637.5.04.07:006354

MKC 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясные продукты, мясосодержащие продукты, жир-сырец, продукты из шпика, перекисное число, метод, определение

Разработчики стандарта:

ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»

Директор

ТВАМес____А.Б. Лисицын

Заместитель директора по научной работе

А.А. Семенова

Заместитель директора по научной работе

О.А. Кузнецова

Руководитель отдела технического регулирования и систем управления качеством

3.А. Юрчак

Руководитель «Научно-исследовательского испытательного центра»

И.М. Чернуха

И.о. заведующего лабораторией научнометодических работ, биологических и аналитических исследований

А.В. Куликовский

Старший научный сотрудник лаборатории научно-методических работ, биологических и аналитических исследований

Muraf- V

И.А. Становова

Младший научный сотрудник лаборатории научно-методических работ, биологических и аналитических исследований

Thy

А.А.Курзова