
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34118—
2017

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод определения перекисного числа

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2018

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, 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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2017 г. № 101-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 августа 2017 г. № 943-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34118—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2018 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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 (www.gost.ru)

© Стандартиформ, оформление, 2018

В Российской Федерации 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

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**Метод определения перекисного числа**

Meat and meat products. Method for determination of peroxide value

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мясо, жир-сырец, мясные и мясосодержащие 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

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 OIML R 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

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

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

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

ГОСТ 7269—2015 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 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

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 продуктов окисления животного жира (перекисей и гидроперекисей) в пробе, которые окисляют йодистый калий в условиях, установленных в настоящем стандарте, выраженное в миллимолях активного кислорода на кг жира.

4 Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия первичных продуктов окисления жира (перекисей и гидроперекисей) с йодистым калием в кислой среде, последующим титрованием раствором тиосульфата натрия и количественным определением выделившегося йода.

* 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».

5 Требования безопасности

5.1 Помещение, в котором проводится анализ, 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 анализа необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

5.4 К выполнению испытаний допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже химика-техника, прошедшие обучение методам химического анализа.

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 OIML R 76-1 специального или высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,001$ г.

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

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

Холодильник по ГОСТ 26678.

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

Банка стеклянная с крышкой вместимостью 200—400 см³.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Колбы конические Кн-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.

Стаканы Н-2-100 ТХС; Н-2-150 ТХС; Н-2-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

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 В-36-80 ХС или В-56-80 ХС 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, степень чистоты 1.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

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

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

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015, х. ч.

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 аналогичными техническими характеристиками, 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 на гомогенизаторе или 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 °С) 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 стакане вместимостью 100—150 см³ в 50 см³ свежeproкипяченной дистиллированной воды.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

8.1.2 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

8.1.2.1 10 г растворимого крахмала смешивают в стакане вместимостью 100—150 см³ с 50 см³ дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 950 см³ кипящей дистиллированной воды при постоянном перемешивании и кипятят 3 мин. Раствор хранят при температуре (4 ± 2) °С не более 3 мес.

8.1.2.2 0,5 г растворимого крахмала смешивают в стакане вместимостью 100—150 см³ с 5 см³ дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 100 см³ кипящей дистиллированной воды при постоянном перемешивании и кипятят 2—3 мин. Раствор используют свежеприготовленным.

8.1.3 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ моль/дм³

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

Примечание — Допускается приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ из стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Раствор хранят в склянке из темного стекла при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

8.1.3.2 Определение коэффициента поправки к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ моль/дм³ проводят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.3).

8.1.4 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$ 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 дистиллированной водой.

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 см³, добавляют цилиндром 100—150 см³ 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, помещенный в воронку.

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 анализа

9.1 Анализ 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 от 15 °С до 25 °С.

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 с.

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

Примечание — Если на контрольный опыт израсходовано менее 0,07 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм³, реактивы считают пригодными для проведения испытания.

9.5 Определение массы жира в экстракте

9.5.1 В предварительно взвешенную и высушенную в сушильном шкафу до постоянной массы выпарную чашку переносят 10 см³ экстракта и упаривают на водяной бане при температуре не выше 60 °С до полного удаления растворителя, а затем высушивают в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Высушивание продолжают до постоянной массы.

9.5.2 Массу жира в экстракте m , г, вычисляют по формуле

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

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

m_2 — масса пустой чашки, г.

10 Обработка результатов

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

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

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;

C — концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, моль/дм³;

K — коэффициент поправки к титру 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия;

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

m — масса жира в экстракте, г;

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

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

11 Метрологические характеристики

11.1 Точность метода установлена межлабораторными испытаниями, выполненными в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2 и ГОСТ ИСО 5725-6.

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

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерений ПЧ, ммоль активного кислорода/кг жира	Показатели точности		
		Границы относительной погрешности $\pm \delta$, %	Предел повторяемости (сходимости) r , ммоль активного кислорода/кг жира	Предел воспроизводимости R , ммоль активного кислорода/кг жира
Перекисное число (ПЧ)	От 0 до 5 включ.	10	$0,10X_{\text{ср}}$	$0,30X_{\text{ср}}$
	Св. 5 до 40 включ.	5	$0,05X_{\text{ср}}$	$0,15X_{\text{ср}}$
Примечание — $x_{\text{ср}}$ — среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, ммоль активного кислорода/кг жира; $X_{\text{ср}}$ — среднее арифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в разных лабораториях, ммоль активного кислорода/кг жира.				

11.3 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) r , значения которого приведены в таблице 1.

$$|x_1 - x_2| \leq r, \quad (3)$$

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, ммоль активного кислорода/кг жира;
 r — предел повторяемости, ммоль активного кислорода/кг жира.

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

$$|X_1 - X_2| \leq R, \quad (4)$$

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.

11.5 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.

11.6 Требования к точности

Для обеспечения относительной погрешности измерений, не превышающей $\pm 0,1$ % при взвешивании масс, m (г), в интервалах $0,1 \leq m < 1,0$; $1 \leq m < 10$; $10 \leq m < 100$ и $m > 100$ рекомендуется установить следующие правила записи результатов взвешивания: до третьего десятичного знака после запятой (например, 0,500), до второго десятичного знака после запятой (например, 1,50), до первого десятичного знака после запятой (например, 10,5) и до целых чисел (например, 150), соответственно.

Во всех указанных диапазонах взвешивания достижение указанной относительной погрешности может быть достигнуто применением весов неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального или высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001$ г, при этом для диапазонов $10 \leq m < 100$ и $100 \leq m$ могут быть использованы весы с большей абсолютной погрешностью ($\pm 0,01$ г и $\pm 0,1$ г, соответственно).

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 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).

12.2 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 r приведены в таблице 1.

12.3 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.

Библиография

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

УДК 637.5.04/.07:006.354

МКС 67.120.10

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

Редактор *Е.В. Лукьянова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 14.06.2018. Подписано в печать 12.07.2018. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 9 экз. Зак. 711.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru