ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54686— 2011

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли насыщенных жирных кислот

(ISO 15304:2002, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИ КП Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 149 «Кондитерские изделия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 845-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения международного стандарта ИСО 15304:2002 «Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания трансизомеров жирных кислот в растительных жирах и маслах. Метод газовой хроматографии» (ISO 15304:2002 «Animals and vegetable fats and oils — Determination of the content of trans fatty acid isomers of vegetable fats and oils — Gas chromatographic method», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2013, 2019

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

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли насыщенных жирных кислот

Confectionery. Method for determination of a mass fraction of the sated fatty acids

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и кондитерские полуфабрикаты (далее — продукты) и устанавливает газохроматографический метод определения массовой доли насыщенных жирных кислот (приложение А), входящих в состав жиров продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения):

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

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

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

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3273 Натрий металлический технический. Технические условия

ГОСТ 5904 Изделия кондитерские. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 8677 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

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

Издание официальное

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

ГОСТ Р 55878 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 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 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление. . . . . (9,33 · 10^4—1,07 · 10^5) Па;
- относительная влажность воздуха. . . . . не более 75 %;
- напряжение в сети. . . . . (220 ± 10) В.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы на газовом хроматографе и персональном компьютере и прошедший инструктаж по обращению с реактивами, технике электробезопасности и пожарной безопасности.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб для проведения измерений проводят по ГОСТ 5904.

7 Сущность метода

Метод заключается в разделении метиловых эфиров жирных кислот на кварцевой капиллярной газохроматографической колонке с последующим расчетом массовой доли насыщенных жирных кислот.

8 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Хроматограф газовый, оснащенный: пламенно-ионизационным детектором (ПИД), обеспечивающим нагрев до температуры не менее 350 °С; термостатом с программированием температуры, обеспечивающим нагрев колонки до температуры не менее 250 °С; инжектором, обеспечивающим нагрев до температуры не менее 300 °С; компьютером с программным обеспечением.

Колонка газохроматографическая кварцевая капиллярная с неподвижной фазой. цианопропилфенил 10 %, бисцианпропил полисилоксана 90 %; длиной не менее 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина неподвижной фазы 0,2 мкм.

Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,2 мг.

Ротационный испаритель с диапазоном скорости вращения колбы от 5 до 100 об/мин, диапазоном температуры нагрева бани от 20 °С до 100 °С.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °С с погрешностью не более ±2 °С.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

- насадки НЭТ-250 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильника ХШ-1-200-29/32 ХС по ГОСТ 25336;
- колбы П-1-250-29/32 по ГОСТ 25336.

Пипетка 1(2,3)-1(2)-1(2)-1; 1(2,3)-1(2) по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228.

Пробирка П-4-10-14/23 ХС со шлифом и пластмассовой пробкой по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770.

Воронка лабораторная В-25-38 ХС или В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2-25-2 по ГОСТ 1770.

Колба К-1-1000-29/32 ТС-2 по ГОСТ 25336.

Колба К-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-400-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, с интервалом температур от 0 °С до 100 °С и ценой деления 0,5 °С.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022 или водород электролизный от генератора водорода типа СГС-2.

Воздух класса 0 по ГОСТ 17433.

Газ-носитель: азот газообразный по ГОСТ 9293, ос.ч., или гелий (сжатый), тщательно просушенный, с содержанием кислорода менее 10 мг/кг.

Натрий металлический по ГОСТ 3273.

Окись кальция по ГОСТ 8677, ч.д.а.

Метилат натрия, ч.д.а., раствор в метаноле 30 %.

Гексан для хроматографии, ос.ч.

Метанол-яд по ГОСТ 6995, х.ч., для получения абсолютно сухого метилового спирта и метиловых эфиров жирных кислот.

Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 20015.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878.

Стандартная смесь метиловых эфиров жирных кислот.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных.

9 Подготовка к измерению

9.1 Приготовление абсолютного метанола

В колбе вместимостью 500 см^3 взвешивают (30 ± 1) г окиси кальция, добавляют 250 см^3 метанола и кипятят с обратным холодильником типа ХШ в течение 6—8 ч. Затем метанол перегоняют в перегонном аппарате при температуре 64,7 °С.

9.2 Приготовление раствора метилата натрия в абсолютном метаноле концентрацией 2 моль/дм^3

Взвешивают 2,7 г метилата натрия или 1,15 г металлического натрия в стаканчике для взвешивания. Результат записывают в граммах до второго десятичного знака.

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 наливают 10—12 см^3 абсолютного метанола, добавляют метилат натрия или осторожно вносят маленькими кусочками натрий и перемешивают до полного растворения. После перемешивания раствор охлаждают до комнатной температуры и доводят абсолютным метанолом до метки.

Полученный раствор хранят в холодильнике при температуре от 3 °С до 8 °С в течение 1 мес.

9.3 Приготовление смеси хлороформа и этилового спирта в объемном соотношении 95:5

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 50 см^3 этилового спирта. Объем раствора доводят до метки хлороформом и перемешивают.

9.4 Экстракция жира из кондитерских изделий и кондитерских полуфабрикатов

Массу анализируемой пробы рассчитывают так, чтобы она содержала от 1 до 3 г жира.

Измельченную анализируемую пробу взвешивают с записью результата в граммах до третьего десятичного знака, помещают в патрон из фильтровальной бумаги, который сворачивают таким образом, чтобы предотвратить переход анализируемой пробы в раствор. Патрон с образцом помещают в прибор Сокслета и проводят экстракцию смесью хлороформ — этиловый спирт в соотношении 95:5 в течение 5 ч.

После экстракции раствор жира выпаривают с помощью ротационного испарителя при температуре от 40 °С до 70 °С.

Оставшийся в колбе жир сушат при температуре от 60 °С до 70 °С на водяной бане до постоянной массы, затем охлаждают в эксикаторе 20 мин и взвешивают колбу с записью результата в граммах до третьего десятичного знака для определения массы экстрагированного жира.

9.5 Получение метиловых эфиров жирных кислот

Пробу полученного расплавленного жира перемешивают до равномерного распределения. В стеклянную пробирку вносят стеклянной палочкой 15—20 мг жира, растворяют его в 9,5 см^3 гексана. В полученный раствор пипеткой добавляют 0,5 см^3 раствора метилата натрия в абсолютном метаноле молярной концентрацией 2 моль/дм^3. Реакционную смесь интенсивно перемешивают в течение 2 мин, затем отстаивают 5 мин. Декантируют верхний слой, содержащий метиловые эфиры.

Готовый раствор хранят в холодильнике не более суток.

9.6 Подготовка хроматографа к измерению

Подключение хроматографа к сети, подготовку и установку колонок и вывод прибора на режим выполняют согласно инструкциям по монтажу и наладке хроматографа.

10 Проведение измерений

На хроматографе устанавливают следующие условия анализа:

- температура инжектора — 250 °С;
- режим программирования термостата — от 50 °С до 240 °С со скоростью 10 °С/мин;
- температура детектора — 290 °С;
- скорость потока газа-носителя (азот или гелий) — от 1 до 5 см^3/мин.

Проводят холостой опыт с гексаном, при этом на хроматограмме не должно быть посторонних пиков. Холостой опыт повторяют после анализа каждых десяти испытуемых проб.

Микрошприцем вводят в испаритель хроматографа 1 мм^3 раствора метиловых эфиров кислот, запускают программу изменения температуры термостата и записи данных. Пример типичной хроматограммы, полученной при рекомендуемых условиях, приведен в приложении Б.

После разделения метиловых эфиров жирных кислот проводят идентификацию по времени выхода метиловых эфиров жирных кислот при анализе стандартной смеси метиловых эфиров жирных кислот.

11 Обработка результатов

Массовую долю метилового эфира каждой жирной кислоты рассчитывают путем определения скорректированной площади соответствующего пика относительно суммы скорректированных площадей всех пиков с учетом поправочного коэффициента для компенсации отклика ПИД на соответствующий компонент — метиловый эфир жирной кислоты.

При определении соответствующих поправочных коэффициентов используют расчетный метод или расчет на основании результатов анализа стандартной смеси метиловых эфиров жирных кислот, проведенных в условиях, идентичных условиям измерений анализируемой пробы.

11.1 Расчетный метод определения поправочного коэффициента

Поправочный коэффициент F_x для каждого компонента рассчитывают по формуле

$$F_x = \frac{M_x}{(n_x - 1) \cdot A_c}, \quad (1)$$

где F_x — поправочный коэффициент для компонента x;
M_x — относительная молекулярная масса, рассчитанная по химической формуле компонента x;
n_x — число атомов углерода метилированной жирной кислоты компонента x;
A_c — относительная атомная масса углерода (A_c = 12,01).

11.2 Расчет поправочного коэффициента на основании результатов анализа стандартной смеси метиловых эфиров жирных кислот

Проводят анализ стандартной смеси метиловых эфиров жирных кислот известного состава в условиях, идентичных условиям измерения анализируемой пробы.

Вычисляют поправочный коэффициент для метилового эфира каждой жирной кислоты (x) в стандартной смеси F_x по хроматограмме стандартной смеси и формуле

$$F_x = \frac{m_{rx} \cdot \sum A_{rx}}{A_{rx} \sum m_{rx}}, \quad (2)$$

где A_{rx} — площадь пика метилового эфира каждой жирной кислоты (x) в стандартной смеси, в единицах площади;
$\sum A_{rx}$ — сумма площадей всех пиков метиловых эфиров жирных кислот стандартной смеси, в единицах площади;
m_{rx} — масса метилового эфира каждой жирной кислоты (x) в стандартной смеси, мг;
$\sum m_{rx}$ — сумма масс метиловых эфиров жирных кислот стандартной смеси, мг.

11.3 Расчет относительного поправочного коэффициента

Относительный поправочный коэффициент (по отношению к метиловому эфиру пальмитиновой кислоты С16:0) рассчитывают для каждого компонента по формуле

$$f_x = \frac{F_x}{F_r}, \quad (3)$$

где f_x — относительный поправочный коэффициент для компонента x;
F_x — поправочный коэффициент для компонента x;
F_r — поправочный коэффициент для С16:0.

Относительный поправочный коэффициент для С16:0 считается справочным (f_x = 1,00).

11.4 Расчет массовой доли компонента

Массовую долю метилового эфира каждой жирной кислоты w_x, %, с учетом относительного поправочного коэффициента рассчитывают по формуле

$$w_x = \frac{A_x \cdot f_x \cdot 100}{A_t}, \quad (4)$$

где A_x — площадь пика, соответствующего компоненту x, в единицах площади;
A_t — сумма скорректированных площадей всех пиков, за исключением пика растворителя, в единицах площади;
f_x — относительный поправочный коэффициент для компонента x.

11.5 Расчет массовой доли насыщенных жирных кислот

Вычисляют сумму массовых долей метиловых эфиров жирных кислот M, %, идентифицированных по полученной хроматограмме

$$M = \sum w_x, \tag{5}$$

где w_x — массовая доля компонента x, %.

Перечень насыщенных жирных кислот, входящих в жирно-кислотный состав триглицеридов кондитерских изделий и кондитерских полуфабрикатов, приведен в приложении А.

Массовую долю насыщенных жирных кислот в продуктах X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{Y \cdot T}{100}, \tag{6}$$

где Y — массовая доля экстрагированного жира, полученного по 9.5, %, рассчитанная по формуле

$$Y = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \tag{7}$$

где m_1 — масса пустой колбы, г;

m_2 — масса колбы с полученным жиром, г;

m — масса анализируемой навески, г.

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

За окончательный результат определения массовой доли насыщенных жирных кислот в продуктах принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot X_{ср}, \tag{8}$$

где X_1 и X_2 — результаты двух определений, выполненных в условиях повторяемости, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое двух определений, выполненных в условиях повторяемости, %;

r — предел повторяемости (сходимости), приведенный в таблице при P = 0,95, %.

Результат определения массовой доли насыщенных жирных кислот представляют в виде

$$X_{ср} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{ср} \text{ при } P = 0{,}95, \tag{9}$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой доли насыщенных жирных кислот, признанных приемлемыми, %;

δ — значение относительной погрешности, приведенное в таблице 1, %.

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) при P = 0,95 $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости при P = 0,95 $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) при P = 0,95 ± δ, %
Массовая доля насыщенных жирных кислот	От 0,1 до 50,0	4,0	6,0	5,0

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

12.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.3.2.1).

12.3 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (раздел 6).

12.4 Разрешение противоречий в оценке качества продуктов между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

Приложение А
(справочное)

Перечень насыщенных жирных кислот, входящих в состав жиров кондитерских изделий и кондитерских полуфабрикатов

А.1 Перечень насыщенных жирных кислот, входящих в состав жиров кондитерских изделий и кондитерских полуфабрикатов, приведен в таблице А.1.

Таблица А.1

Условное обозначение жирных кислот	Наименование жирных кислот	
	по женевской номенклатуре	по тривиальной номенклатуре
C4:0	Бутановая	Масляная
C6:0	Гексановая	Капроновая
C8:0	Октановая	Каприловая
C10:0	Декановая	Каприновая
C12:0	Додекановая	Лауриновая
C14:0	Тетрадекановая	Миристиновая
C16:0	Гексадекановая	Пальмитиновая
C17:0	Гептадекановая	Маргариновая
C18:0	Октадекановая	Стеариновая
C20:0	Эйкозановая	Арахиновая
C22:0	Докозановая	Бегеновая

Приложение Б
(справочное)

Пример типичной хроматограммы, полученной при рекомендуемых условиях

Б.1 Пример типичной хроматограммы, полученной при рекомендуемых условиях, приведен на рисунке Б.1.

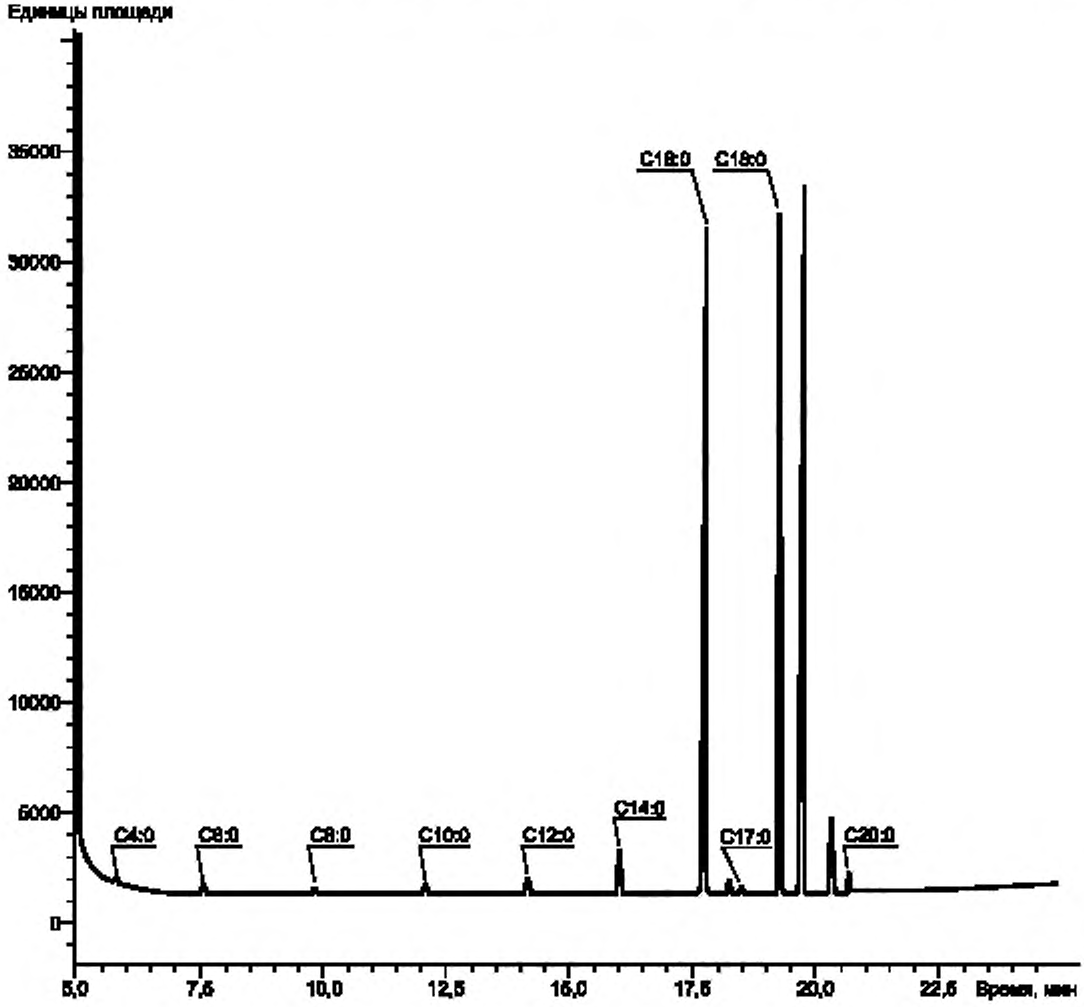

Рисунок Б.1

УДК 664.6:543.06:006.354 ОКС 67.180.10

Ключевые слова: изделия кондитерские, метод определения массовой доли насыщенных жирных кислот, разделение метиловых (этиловых) эфиров жирных кислот на кварцевой капиллярной газохроматографической колонке, методы испытаний, обработка результатов

Редактор *Д.А. Кожемяк*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 05.11.2019. Подписано в печать 15.11.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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