ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54687— 2011

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли трансизомеров ненасыщенных жирных кислот

ISO 13884:2003 (NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ НИИКП 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. № 846-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения международного стандарта ИСО 13884:2003 «Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания выделенных трансизомеров методом инфракрасной спектрометрии» (ISO 13884:2003 «Animals and vegetable fats and oils — Determination of isolated *trans* isomers by infrared spectrometry», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартинформ, 2013

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 Условия проведения измерений 2
4 Требования безопасности 2
5 Требования к квалификации оператора 2
6 Отбор и подготовка проб 2
7 Сущность метода 2
8 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
9 Подготовка к измерению 3
10 Проведение измерений 4
11 Обработка результатов 5
12 Контроль точности результатов измерений 5
Приложение А (справочное) Пример ИК-спектра НПВО 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Метод определения массовой доли трансизомеров ненасыщенных жирных кислот

Confectionery.
Method for determination of transisomers of unsaturated fatty acids mass fraction

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия и полуфабрикаты (далее — продукт) и устанавливает метод определения массовой доли трансизомеров ненасыщенных жирных кислот в кондитерских изделиях и полуфабрикатах методом инфракрасной спектрофотометрии (ИК-спектрофотометрии).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

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

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 5904—82 Изделия кондитерские. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

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

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

Издание официальное

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление . . . . . ($9{,}33 \cdot 10^4 - 1{,}07 \cdot 10^5$) Па;
- 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 технических документах на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории, освоивший методы и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами 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 экстракции жира из навески продукта и последующем определении массовой доли трансизомеров ненасыщенных жирных кислот методом ИК-спектрофотометрии с использованием приставки нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).

8 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

При определении массовой доли трансизомеров ненасыщенных жирных кислот используют следующее оборудование, реактивы и материалы:

ИК-спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерений с разрешением 4 $см^{-1}$ в спектральном диапазоне частот от 1050 $см^{-1}$ до 900 $см^{-1}$, с приставкой НПВО с кюветой из селенида цинка.

Весы по ГОСТ Р 53228, с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0{,}2$ мг.

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

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 80 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Эксикатор 1-100 по ГОСТ 25336.

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.

Колба 1-1000-1 по ГОСТ 1770.
Колба 2-25-1 по ГОСТ 1770.
Цилиндры 1-100 по ГОСТ 1770.
Пипетки 2-2-2-(20; 50) по ГОСТ 29227.
Стаканы В-1-25 и В-1-50 по ГОСТ 25336.
Воронки ВФ-1-100 ХС по ГОСТ 25336.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 20015.
Метилэлаидат с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.
Метилолеат с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.
Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.
Посуда лабораторная по ГОСТ 9147.
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 растворов

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

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 950 см^3 хлороформа. Мерным цилиндром отмеряют 50 см^3 этилового спирта и перемешивают с хлороформом.

9.2 Приготовление градуировочных растворов

9.2.1 Раствор трансизомеров ненасыщенных жирных кислот 10,0 %

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 0,5 г метилэлаидата. Добавляют 4,5 г метилолеата и 10 см^3 четыреххлористого углерода. Перемешивают до полного растворения. Объем раствора доводят пипеткой до метки четыреххлористым углеродом.

9.2.2 Раствор трансизомеров ненасыщенных жирных кислот 5,0 %

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 0,25 г метилэлаидата. Добавляют 4,75 г метилолеата и 10 см^3 четыреххлористого углерода. Перемешивают до полного растворения. Объем раствора доводят до метки четыреххлористым углеродом.

9.2.3 Раствор трансизомеров ненасыщенных жирных кислот 1,0 %

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 0,05 г метилэлаидата. Добавляют 4,95 г метилолеата и 10 см^3 четыреххлористого углерода. Перемешивают до полного растворения. Объем раствора доводят до метки четыреххлористым углеродом.

Градуировочные растворы хранят в плотно закрытой стеклянной таре при температуре от 6 °С до 10 °С не более 3 сут.

9.3 Построение градуировочного графика

9.3.1 Градуировочные растворы, начиная с наименьшей концентрации, помещают в кювету НПВО ИК-спектрофотометра таким образом, чтобы дно кюветы было полностью закрыто. Проводят исследования абсорбции в спектральном диапазоне волновых чисел от 1050 до 900 см$^{-1}$, по 10.3.

9.3.2 На записи спектра градуировочного раствора проводят линию через точки с частотами 985 и 950 см$^{-1}$. Измеряют поглощение раствора в единицах оптической плотности при частотах 985, 967 и 950 см$^{-1}$.

Высоту пика поглощения A при волновом числе 967 см$^{-1}$, в единицах оптической плотности, вычисляют по формуле

$$A = A_0 - \frac{A_1 + A_2}{2}, \quad (1)$$

где A_0 — поглощение раствора при частоте 967 см$^{-1}$, ед. оптической плотности;

A_1 — поглощение раствора при частоте 985 $см^{-1}$, ед. оптической плотности;

A_2 — поглощение раствора при частоте 950 $см^{-1}$, ед. оптической плотности.

Пример ИК-спектра приведен в приложении А.

9.3.3 С помощью метода наименьших квадратов строят график градуировочной зависимости в координатах: высота пика абсорбции при волновом числе 967 $см^{-1}$ A, единицы оптической плотности (ось y) — массовая доля трансизомеров ненасыщенных жирных кислот T, % (ось x).

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется периодически, но не реже одного раза в неделю.

Для этого используют градуировочный раствор трансизомеров с массовой долей 5 %, который должен быть приготовлен заново по 9.2.2.

Стабильность градуировочных характеристик считают удовлетворительной, если для градуировочного раствора выполняется следующее неравенство:

$$\left|\frac{m_о - m_{мэ}}{m_{мэ}}\right| \cdot 100 \le 10\ \%, \qquad (2)$$

где $m_о$ — массовая доля метилэлаидата в градуировочном растворе, %;

$m_{мэ}$ — массовая доля метилэлаидата, определенная в градуировочном растворе с использованием графика градуировочной зависимости, как описано в 10.3, %.

Если неравенство (2) не выполняется, то эксперимент повторяют. Если результат повторного эксперимента неудовлетворительный, то выясняют причины, приводящие к получению неудовлетворительных результатов контроля, и устраняют их. В случае невозможности устранения причин, приводящих к превышению норматива, график градуировочной зависимости строят заново.

10 Проведение измерений

10.1 Массу анализируемой пробы рассчитывают так, чтобы содержание жира в ней было 7—10 г.

Анализируемую пробу исследуемого продукта взвешивают на весах с записью результата в граммах до третьего десятичного знака, по ГОСТ Р 53228, помещают в патрон из фильтровальной бумаги. Патрон с образцом помещают в прибор Сокслета и проводят экстракцию жира смесью хлороформа и этилового спирта в соотношении 95:5 в течение 5 ч.

После экстракции раствор жира выпаривают с помощью роторного испарителя при температуре 40 °С—70 °С. Оставшийся в колбе жир сушат при температуре 60 °С—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.

Массовую долю жира Y, %, рассчитывают по формуле

$$Y = \frac{(m_2 - m_1)\cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

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.

10.2 Взвешивают 5,0 г полученного жира с записью результата в граммах до третьего десятичного знака и помещают через воронку в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ четыреххлористого углерода. Перемешивают до полного растворения. Объем раствора доводят до метки четыреххлористым углеродом.

Раствор помещают в кювету для измерений таким образом, чтобы дно кюветы было полностью закрыто.

10.3 Задают параметры сканирования в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра и приставки НПВО: спектральный диапазон 1050 до 900 $см^{-1}$, число сканов 25 (или другое число сканов, требуемое для достижения отношения сигнал-шум не более 0,0005 единицы поглощения), разрешение 4 $см^{-1}$.

Снимают спектр в диапазоне волновых чисел от 1050 до 900 $см^{-1}$. Вычисляют высоту пика абсорбции при волновом числе 967 $см^{-1}$, как описано в 9.3.2, и по графику градуировочной зависимости находят массовую долю трансизомеров ненасыщенных жирных кислот в исследуемом жире T, %.

11 Обработка результатов

11.1 Массовую долю трансизомеров ненасыщенных жирных кислот в продуктах X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{Y \cdot T}{100}, \quad (4)$$

где Y — массовая доля жира в исследуемом продукте, определенная по (3), %;

T — массовая доля трансизомеров ненасыщенных жирных кислот, определенная по графику градуировочной зависимости, %.

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

За окончательный результат определения массовой доли трансизомеров ненасыщенных жирных кислот в кондитерских изделиях и полуфабрикатах принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (5)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, %;

r — предел повторяемости (сходимости) при $P = 0,95$, приведенный в таблице 1, %.

11.2 В таблице 1 приведены метрологические характеристики метода определения массовой доли трансизомеров ненасыщенных жирных кислот в кондитерских изделиях и полуфабрикатах при доверительной вероятности 0,95.

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 $P = 0,95$ $\pm \delta$, %
Массовая доля трансизомеров ненасыщенных жирных кислот	От 1,0 до 5,0	27,0	42,0	30,0
	Св. 5,0 до 15,0	14,0	21,0	15,0

12 Контроль точности результатов измерений

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

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

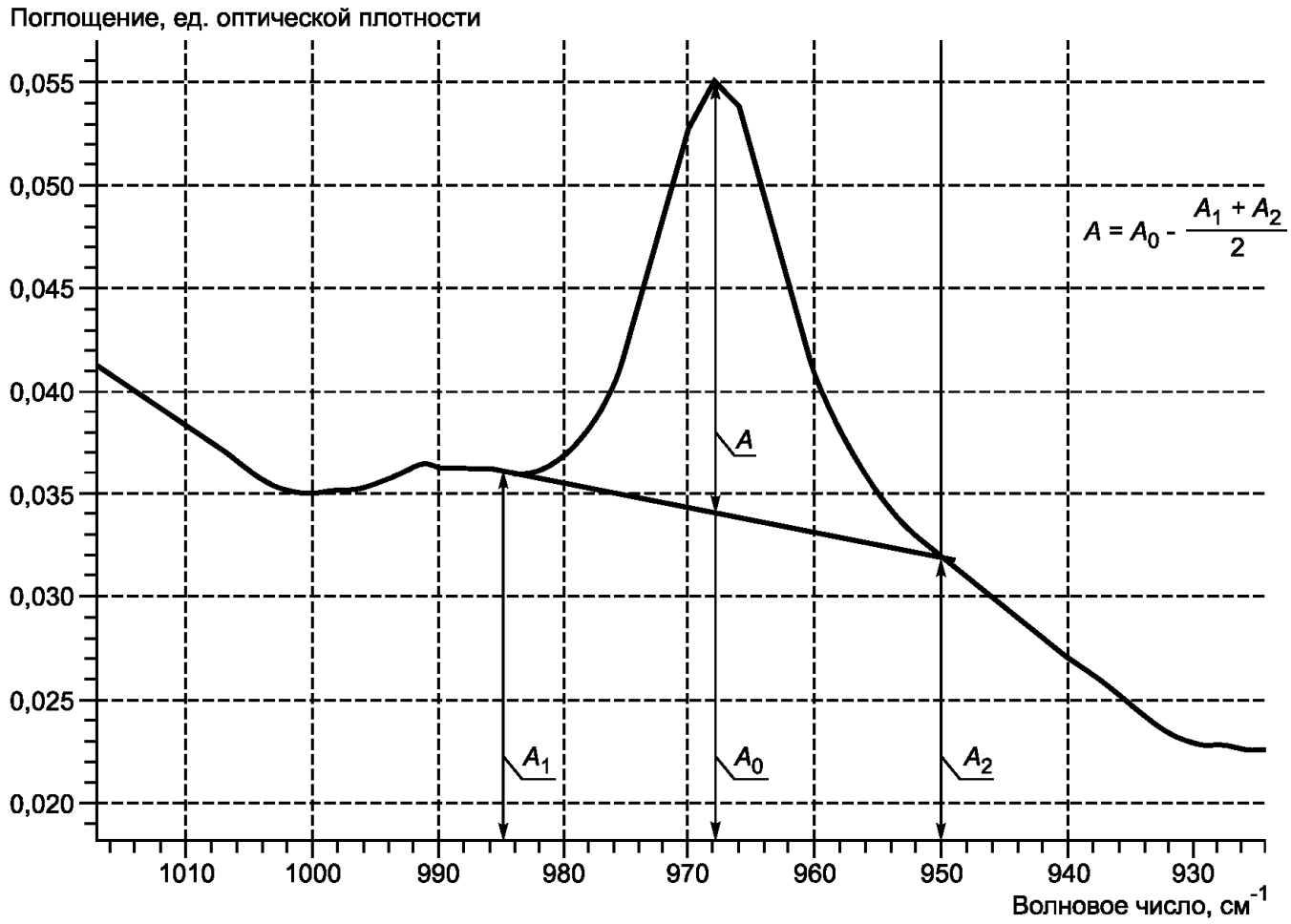
12.3 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6).

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

Приложение А
(справочное)

Пример ИК-спектра НПВО

А.1 Пример ИК-спектра НПВО приведен на рисунке А.1.



A_0 — поглощение раствора при частоте 967 $см^{-1}$, ед. оптической плотности; A_1 — поглощение раствора при частоте 985 $см^{-1}$, ед. оптической плотности; A_2 — поглощение раствора при частоте 950 $см^{-1}$, ед. оптической плотности

Рисунок А.1

УДК 664.6:543.06:006.354 ОКС 67.180.10 Н42 ОКП 91 2000
91 3000

Ключевые слова: изделия кондитерские, метод определения массовой доли трансизомеров ненасыщенных жирных кислот, метод ИК-спектрофотометрии, проведение измерений, обработка результатов

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 01.04.2013. Подписано в печать 30.04.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 198 экз. Зак. 460.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

ISBN-6687-2011