|  |
| --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (ЕАСС)****EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (EASC)** |
| Picture in Документ1 | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ****СТАНДАРТ** | **ГОСТ***(проект,**первая**редакция)* |

**МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ**

**Методы определения жирнокислотного состава**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

**Минск**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**202 \_\_\_**

**Предисловие**

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

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены [ГОСТ 1.0](http://docs.cntd.ru/document/1200128307) «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и [ГОСТ 1.2](http://docs.cntd.ru/document/1200128308) «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 «Федеральный научный центр пищевых систем имени В.М. Горбатова» РАН (ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

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 страны по МК(ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК(ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименованиенационального органа по стандартизации |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «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****Методы определения жирнокислотного состава**Meat and meat products. Methods for determination of fatty acids composition |

**Дата введения –**

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на продукты убоя (мясо, субпродукты) всех видов убойных животных и сельскохозяйственной птицы, а также мясную продукцию (включая мясные и мясосодержащие консервы), в том числе из мяса птицы (далее – мясная продукция), и устанавливает следующие методы определения жирнокислотного состава:

- метод определения массовой доли жирных кислот с помощью газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором (ГХ-ПИД) с диапазоном измерений от 0,01 % до 100 %;

- метод определения массовой доли насыщенных жирных кислот с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области (БИК-спектроскопии) с диапазоном измерений от 0,4 % до 80,0 %.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

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

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

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

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

ГОСТ 9792 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 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

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

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

ГОСТ 31467–2012 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений 1)

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1) 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».

ГОСТ ИСО 5725-6–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике 1)

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Требования безопасности**

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

3.2. Помещение, в котором проводятся измерения, 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.

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

**4 Требования к условиям проведения измерений**

4.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1) 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».

4.2 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха……… от 5 ºС до 30 ºС;

- относительная влажность воздуха …….… от 20 % до 80 %.

4.3 К проведению измерений допускаются лица, владеющие техникой работы на приборах и изучившие инструкции по эксплуатации используемого оборудования.

**5 Отбор проб**

Отбор проб проводят по ГОСТ 7269, ГОСТ 31467, ГОСТ 9792.

**6 Метод определения массовой доли жирных кислот с помощью газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором**

**6.1 Сущность метода**

Метод основан на жидкостной экстракции липидов животного происхождения органическими растворителями, позволяющий выделить от 90 % до 95 % всех клеточных липидов, и метилировании липидных триглицеридов посредством гидролиза с последующим переводом полученных жирных кислот в метиловые эфиры и хроматографическим анализом смесей на автоматическом газовом хроматографе с пламенно-ионизационным детектором для выявления состава и определения массовой доли индивидуальных жирных кислот.

**6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы**

Хроматограф газовый лабораторный с программным обеспечением, включающий: инжектор для капиллярных колонок с делителем потока или вводом пробы непосредственно в колонку в виде автосамплера; термостат с программированием температуры, обеспечивающий нагрев колонки до температуры не менее 260 °С, поддерживающий температуру с точностью ±0,1 °С; колонку капиллярную длиной от 30 м, внутренним диаметром от 0,2 до 0,8 мм на основе поли(бисцианопропилсилоксановой) фазы1); детектор пламенно-ионизационный, обеспечивающий нагрев до температуры выше температуры колонки.

1) Рекомендуется использовать капиллярную колонку длиной 100 м, внутренним диаметром 0,25 мм и диаметром пор 0,2 мкм, такие характеристики обладают оптимальным разрешением для разделения транс-изомеров жирных кислот.

Микрошприц вместимостью 1 или 10 мкл.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Воздух по ГОСТ 17433 класса 0 из безмасляного воздушного компрессора.

Водород технический по ГОСТ 3022, марки А, или водород электролизный от генератора, с техническими характеристиками не ниже указанных:

- чистота водорода – 99,995 %;

- максимальное выходное давление – 4 бар.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIMLR 76-1 специального или высокого класса точности или весы лабораторные по нормативным документам государства, принявшего стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±1,0 мг.

Гомогенизатор (микроизмельчитель тканей).

Холодильник бытовой электрический по ГОСТ 26678.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Пипетки градуированные 1-2-1-0,5; 1-2-1-1; 1-2-1-2; 1-2-1-5 по ГОСТ 29227 c относительной погрешностью дозирования не более ± 5 % или дозаторы автоматические с переменным объемом дозирования и относительной погрешностью дозирования не более ±1 %.

Дозатор пипеточный переменного объема с объемом дозирования 0,1 – 1,0 см3.

Дозатор пипеточный переменного объема с объемом дозирования 0,5 – 5,0 см3.

Баня ультразвуковая лабораторная с регулятором времени.

Мешалка магнитная.

Центрифуга лабораторная с регулируемым числом оборотов до 8000 об/мин.

Испаритель роторный или вакуумирующий насос для отгона летучих компонентов.

Пробирки центрифужные пластиковые с крышкой объемом 15 см3.

Колба мерная 2-200-2 по ГОСТ 1770.

Колба круглодонная К-1-50-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-1-250-24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 2-50, 2-100 по ГОСТ 1770.

Флаконы – виалы хроматографические вместимостью 2,0 см3.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Гексан для хроматографии, х. ч.

Ацетон, х. ч.

Метанол-яд для хроматографии, х. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч.

Стандартный раствор смеси метиловых эфиров С4–С24 жирных кислот в дихлорметане массовой концентрации 10 мг/см3 1) или стандартные образцы отдельных метиловых эфиров вышеуказанных жирных кислот, х. ч.

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.

**6.3 Подготовка к выполнению измерений**

**6.3.1 Приготовление насыщенного раствора гидроксида калия в метаноле**

22,4 г гидроксида калия вносят в колбу вместимостью 200 см3 и доводят объем до метки метанолом. Для ускорения процесса растворения допускается опускать в колбу магнитный якорь и ставить колбу на магнитную мешалку при 700–900 об/мин.

Срок хранения раствора в герметично укупоренном сосуде при комнатной температуре – не более 2 мес.

**6.3.2 Приготовление экстракционной смеси гексан-ацетон**

В колбу вместимостью 200 см3 вносят 100 см3 гексана и 100 см3 ацетона.

Срок хранения раствора в герметично укупоренном сосуде при комнатной температуре – не более 2 мес.

**6.3.3 Приготовление градуировочных растворов смеси метиловых эфиров жирных кислот**

Для определения жирных кислот готовят градуировочные растворы следующих массовых концентраций: 2 мг/см3 (раствор 1); 1 мг/см3 (раствор 2); 0,5 мг/см3 (раствор 3).

1) Используется стандартный раствор смеси метиловых эфиров С4–С24 жирных кислот Supelco. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других стандартных растворов с аналогичными свойствами.

Для приготовления раствора 1 в хроматографическую виалу пипеточным дозатором переносят 0,2 см3 стандартного раствора смеси метиловых эфиров С4–С24 жирных кислот и добавляют 0,8 см3 гексана.

Для приготовления раствора 2 в хроматографическую виалу пипеточным дозатором переносят 0,4 см3 раствора 1 и добавляют 0,4 см3 гексана.

Для приготовления раствора 3 в хроматографическую виалу пипеточным дозатором переносят 0,3 см3 раствора 2 и добавляют 0,3 см3 гексана.

Растворы используют свежеприготовленными.

При использовании смеси разных метиловых эфиров С6–С24 жирных кислот целесообразно для последующей хроматографической идентификации использовать стандартные растворы различной концентрации этих веществ. Например, концентрация первого вещества 0,1 мг/см3, второго вещества, дающего на хроматограмме соседний пик, 0,01 мг/см3 и т.д., чередуя концентрации. Оптимальное значение концентрации для достаточного сигнала регистрации устанавливается экспериментально для хроматографа конкретного типа. Например, хорошая идентификация пиков наблюдается при получении выходного сигнала более 10 мВ с общей интенсивностью сигнала в 1000 мВ. Для полной характеристики анализируемой пробы жира используют раствор смеси всех содержащихся в пробе стандартов метиловых эфиров жирных кислот.

Допускается хранение смеси метиловых эфиров или отдельных метиловых эфиров С6–С24 жирных кислот в метаноле при температуре минус 20 °С в запаянной стеклянной ампуле в течение 12 мес.

**6.4 Подготовка пробы**

6.4.1 От представительной пробы продукта отбирают лабораторную пробу массой не менее 100 г., измельчают на гомогенизаторе до однородного состояния и хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) ºС не более 24 ч.

Допускается хранить подготовленную пробу в замороженном состоянии при температуре не выше минус 18 ºС не более 7 сут.

**6.4.2 Приготовление экстракта пробы**

6.4.2.1 Экстракция жиров

Навеску массой 10–15 г анализируемой пробы помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 250 см3, заливают 50 см3 смеси гексан-ацетон, полученной по 6.3.2, и выдерживают при комнатной температуре для полного растворения липидов. Для ускорения процесса экстракции допускается помещать колбу на ультразвуковую баню при температуре не более 30 ºС.

Допускается проводить экстракцию жиров другими органическим растворителями, например, диэтиловым эфиром, хлороформом или их смесями.

После экстракции жиров органический растворитель переносят в круглодонную колбу вместимостью 50 см3 через бумажный фильтр.

Круглодонную колбу помещают на ротационный испаритель для упаривания органического растворителя. Оставшийся после упаривания жир в круглодонной колбе используют для метилирования.

6.4.2.2 Метилирование

В центрифужную пробирку вместимостью 15 см3 переносят 0,2 г жира, полученного после упаривания, и вносят 2 см3 раствора гидроокиси калия по 6.3.1, закрывают пробирку крышкой и активно встряхивают в течение 1 мин.

Далее для экстракции метиловых эфиров жирных кислот в центрифужную пробирку вносят 4 см3 гексана, закрывают крышкой и активно встряхивают в течение 1 мин. Для более быстрого разделения слоев пробирку центрифугируют при 4000 об/мин не менее 2 мин.

После центрифугирования 0,2 см3 верхнего гексанового слоя переносят в хроматографическую виалу и добавляют 0,8 см3 гексана. Полученную смесь используют для хроматографического анализа.

**6.5 Проведение измерений**

В соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа проводят его включение, устанавливая давление газа на входном манометре хроматографа 5 МПа. В соответствии с характеристиками хроматографа задают программируемый метод анализа. Для хроматографа с пламенно-ионизационным детектором и капиллярной колонкой выставляют параметры:

- объем вводимой пробы – 1 мкл.

Рекомендуется устанавливать циклы промывки иглы до и после вкола пробы в хроматограф органическими растворителями (например, этилацетат и ацетонитрил) не менее 2 раз во избежание загрязнения иглы, которое может привести к контаминации проб или загрязнению шприца;

- испаритель (порт) – температура испарителя (порта) 250 °С, режим с делением потока 10:1;

- термостат колонки1) – выдержка 5 мин при температуре 100 °С, затем повышение температуры в термостате от 100 °С до 240 °С со скоростью 4 °С/мин, выдержка 20 мин при температуре 240 °С. Общее время анализа при таких условиях составляет 60 мин;

- пламенно-ионизационный детектор – температура 260 °С, поток водорода 30 мл/мин, поток воздуха 300 мл/мин.

**6.6 Градуировка ГХ-ПИД системы**

6.6.1Градуировку ГХ-ПИД системы проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

6.6.2 Для градуировки ГХ-ПИД системы используют градуировочные растворы, приготовленные по 6.3.3, измерения градуировочных растворов проводят в условиях, выбранных в соответствии с 6.5. Для каждой концентрации градуировочных растворов проводят по два параллельных измерения.

Полученные хроматограммы обрабатывают с использованием компьютерной системы обработки данных хроматографа. Определяют абсолютное время удерживания метиловых эфиров жирных кислот. С использованием средств программного обеспечения строят градуировочную зависимость площади пика метиловых эфиров жирных кислот от концентрации аналитов в растворе.

Коэффициент линейной корреляции полученной градуировочной зависимости должен быть не менее 0,98 для каждого аналита. При невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Проведение градуировки обязательно при замене хроматографической колонки, замене или чистке составляющих используемой хроматографической системы.

**6.7** Контроль аналитической системы

Контроль выполняют после проведения 200 измерений с использованием приготовленных по 6.3.3 градуировочных растворов. Полученный результат измерений не должен отличаться от действительного значения концентрации определяемых веществ в

1) Используется капиллярная колонка Supelco SP™-2560 100 м×0.25 мм×0,2 мкм. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования капиллярных колонок позволяющих добиться хроматографического разделения смеси метиловых эфиров жирных кислот.

градуировочном растворе более чем на 3 %, относительное стандартное отклонение времени удерживания аналитов – не более чем на 5 %. В случае невыполнения указанного критерия стабильности градуировочной характеристики проводят новую градуировку.

**6.8 Обработка результатов**

Идентифицируют пики метиловых эфиров жирных кислот анализируемой пробы по хроматограммам градуировочных растворов, подготовленных по 6.3.3, в автоматическом режиме в соответствии с заданной калибровкой. Количественный анализ проводят методом внутренней нормализации, суммарная концентрация пиков всех компонентов анализируемой пробы принимается за 100 %.

Массовую долю метилового эфира каждой жирной кислоты *Xi*, %, вычисляют по формуле

*,* (1)

где  – концентрация метилового эфира отдельной жирной кислоты, мкг/см3;

– сумма концентраций всех пиков метиловых эфиров жирных кислот, мкг/ см3.

Допускается проводить расчет количественного содержания метиловых эфиров жирных кислот по полученным площадям пиков, используя их в формуле (1) вместо концентраций.

Вычисление проводят автоматически с использованием компьютерной программы с точностью до второго десятичного знака, с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений массовой доли жирной кислоты, определенных по результатам автоматического расчета хроматограмм.

**6.9 Метрологические характеристики**

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

Т а б л и ц а 1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Наименованиеопределяемого аналита | Диапазон измерений массовой доли, % | Показатели точности |
| Граница интервала, в котором относительная погрешность находится с доверительной вероятностью *P* = 0,95,δ, % | Пределповторяемости (сходимости)*r*, % | Предел воспроизводимости *R*, % |
| Массовая доля жирной кислоты, % от суммы | До 0,5 включ. | 30 | 22 | 34 |
| Св. 0,5 до 5,0 включ. | 25 | 18 | 29 |
| Св. 5,0 до 100,0 включ. | 12 | 8 | 14 |
| П р и м е ч а н и е – Нижний предел обнаружения жирных кислот методом газовой хроматографии определяется индивидуальной чувствительностью детектора. Для пламенно-ионизационного детектора он соответствует концентрации 0,01–0,1 мг/см3 в анализируемом растворе. |

6.9.2 Расхождение между результатами двух параллельных измерений, выполненных одним оператором при измерении 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

|*х1* – *х2*| ≤ *r*, (2)

где *х1* и *х2* – результаты двух параллельных измерений, %;

*r* – предел повторяемости, %.

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

|*X1* – *X2*| ≤ *R*, (3)

где *X1* и *X2* – результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, %;

*R* – предел воспроизводимости, %.

6.9.4 Границы относительной погрешности результатов измерений (δ), находящиеся с доверительной вероятностью *P* = 0,95, при соблюдении условий настоящего стандарта, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

**6.10 Контроль точности результатов измерений**

6.10.1 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).

6.10.2 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.

6.10.3 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.

**7 Метод определения массовой доли насыщенных жирных кислот с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области (БИК-спектроскопии)**

**7.1 Сущность метода**

Метод основан на измерении относительной интенсивности инфракрасного излучения и регистрации спектров поглощения анализируемых проб в ближней инфракрасной области в двух спектральных диапазонах длин волн: от 400 до 700 нм и от 850 до 1100 нм с последующим пересчетом полученных спектральных данных на значения массовой доли насыщенных жирных кислот по предварительно разработанным градуировочным моделям на основе искусственных нейронных сетей с помощью программного обеспечения анализатора.

**7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование**

Анализатор в ближней инфракрасной области (далее – анализатор\*), работающий в двух спектральных диапазонах длин волн от 400 до 700 нм и от 850 до 1100 нм, с диапазоном измерений массовой доли насыщенных жирных кислот от 0,4 % до 80,0 %,

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\*Примером анализатора может быть FoodScan 2™ (производитель Foss), Государственный реестр № 72990-18. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другой аппаратуры с аналогичными свойствами.

укомплектованный специализированным программным обеспечением, содержащим базовые градуировки на основе искусственных нейронных сетей фирмы-изготовителя для определения массовой доли насыщенных жирных кислот в мясной продукции.

Термометр по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений от 0 оС до 100 оС и ценой деления 1 оС.

Гомогенизатор с частотой вращения от 8000 до 24000 об/мин или мясорубка бытовая по ГОСТ 4025, или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469.

Холодильник бытовой по ГОСТ 26678.

Стеклянная или пластмассовая банка с крышкой вместимостью 200–400 см3.

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

**7.3 Подготовка проб**

Пробу измельчают на гомогенизаторе или дважды пропускают через мясорубку с диаметром отверстий решетки 2–4 мм и тщательно перемешивают.

Подготовленную пробу помещают в стеклянную или пластмассовую банку вместимостью 250–500 см3 , закрывают крышкой и хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) ºС не более 24 ч.

Испытания проводят в течение 24 ч после измельчения.

**7.4 Подготовка к измерению**

**7.4.1 Подготовка анализатора**

Подготовку анализатора к проведению измерений: включение анализатора и проведение обязательного тестирования для проверки его работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

**7.4.2 Градуировка анализатора**

7.4.2.1 Базовые градуировки на основе искусственных нейронных сетей анализатора для измерений массовой доли насыщенных жирных кислот в мясной продукции являются частью программного обеспечения прибора и не требуют коррекции, если показания анализатора соответствуют требованиям, приведенным в таблице 2 в части показателей прецизионности при указанных диапазонах измерений.

7.4.2.2 Градуировку на основе искусственной нейронной сети анализатора и коррекцию градуировочной зависимости проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.4.2.3 Проверку правильности градуировки на основе искусственной нейронной сети анализатора проводят сравнением с градуировочными образцами с известными значениями массовой доли насыщенных жирных кислот.

Расхождение между показаниями анализатора и значениями массовой доли насыщенных жирных кислот при анализе одного и того же образца не должно превышать следующего значения:

 , (4)

где *Х*А  – результат измерений массовой доли насыщенных жирных кислот с применением анализатора, %;

*Х*С – результат измерений массовой доли насыщенных жирных кислот, полученный методом газовой хроматографии в соответствии с разделом .6, %;

0,8 – коэффициент, характеризующий вклад градуировки в погрешность методики;

δ – показатель точности методики измерений, приведенный в таблице 2, %;

Периодичность проверки устанавливает лаборатория в зависимости от объема измерений.

**7.5 Проведение измерений**

7.5.1 Измерения проводят в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

7.5.2 При проведении измерений необходимо соблюдать следующие условия:

- температура анализируемой пробы должна быть в интервале от 4 ºС до 22 ºС;

- пробу для анализа необходимо измельчить до мелкодисперсного состояния;

- анализируемая проба должна быть равномерно распределена на измерительной чаше и уплотнена (наличие пустот не допускается).

7.5.3 Для выполнения измерений чашку с измельченным образцом помещают в прибор, с помощью программного обеспечения (ПО) выбирают программу анализа в зависимости от вида продукта. Проводят два параллельных измерения.

**7.6 Обработка результатов**

7.6.1 Результат измерений получают для определяемого показателя при помощи ПО системой обработки данных в автоматическом режиме.

7.6.2 За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений *Х*ср, %, полученных в условиях повторяемости:

 , (5)

где  *х*1, *х*2 – результаты параллельных измерений массовой доли определяемого компонента, полученных в условиях повторяемости, %; и удовлетворяющих условию приемлемости

 , (6)

r – предел повторяемости, приведенный в таблице 3, %.

7.6.3 Результат измерений массовой доли определяемого компонента при *Р* = 0,95 представляют в виде:

(*Х*ср ±Δ), %,

где *Х*ср – среднее арифметическое значение результатов двух измерений, признанных приемлемыми по 7.6.2, %;

Δ – границы абсолютной погрешности измерений, рассчитанные по формуле

*, (*7*)*)

где δ – показатель точности методики измерений, приведенный в таблице 2 , %.

7.6.4 Границы абсолютной погрешности измерений округляют до двух значащих цифр. Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

**7.7 Метрологические характеристики**

7.7.1 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности *P* = 0,95 приведены в таблицах 2 и 3.

Т а б л и ц а 2 – Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Наименованиепоказателя | Диапазон измерений, % | Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости),, % | Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости),, % | Показатель точности (границы относительной погрешности измерения при *Р* = 0,95), ± δ, % |
| Массоваядоля насыщенных жирных кислот | От 0,4 до 15,0 включ. | 1,8 | 3,6 | 15 |
| Св. 15,0 до 80,0 включ. | 0,9 | 1,8 | 8 |

Т а б л и ц а 3 – Пределы повторяемости и воспроизводимости при *Р* = 0,95 (*n* = 2)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Наименованиепоказателя | Диапазон измерений, % | Относительный предел повторяемости *r*, % | Относительный предел воспроизводимости*R*, % |
| Массоваядоля насыщенных жирных кислот | От 0,4 до 15,0 включ. | 5,0 | 10 |
| Св. 15,0 до 80,0 включ. | 2,5 | 5,0 |

Если относительное расхождение превышает предел повторяемости *r*, выясняют причины превышения, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями 7.4 и 7.5.

По мере накопления информации в процессе внутреннего контроля показатели точности результатов измерений по настоящей методике измерений могут быть уточнены с учетом фактически обеспечиваемых значений с оформлением протокола по [2].

7.7.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6, проводят в следующей последовательности.

Проверку проводят при получении результатов измерений в условиях воспроизводимости, получая результаты измерений в разных лабораториях. При этом образцы для выполнения измерений должны быть однородны, их количество должно быть подготовлено с необходимым для возможных повторных измерений резервом.

Каждая лаборатория получает результаты двух параллельных определений и проводит проверку приемлемости по 7.6.2.

Совместимость результатов измерений проверяют, сравнивая относительное расхождение между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, с пределом воспроизводимости:

 , (8)

где *Х*1  – результат измерений массовой доли определяемого компонента, полученный в первой лаборатории, %;

*Х*2 – результат измерений массовой доли определяемого компонента, полученный во второй лаборатории, %;

*R* – предел воспроизводимости, приведенный в таблице 3 , %.

При невыполнении условия (8) процедуру измерений повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

**7.8 Контроль точности результатов измерений**

**7.8.1 Контроль повторяемости результатов измерений**

Процедура контроля повторяемости предусматривает сравнение относительного расхождения между двумя результатами параллельных определений с пределом повторяемости по 7.7.2.

**7.8.2 Контроль погрешности результатов измерений**

Контроль погрешности результатов измерений массовой доли определяемого компонента проводят с применением контрольной методики (метод газовой хроматографии в соответствии с разделом.6).

Контроль погрешности результатов измерений массовой доли насыщенных жирных кислот с применением контрольной методики состоит в сравнении результатов контрольных измерений одной и той же пробы на анализаторе *Х*А и по контрольной методике *Х*С.

Результат контрольной процедуры *К*Крассчитывают по формуле

*К*К = *Х*А – *Х*С, (9)

где *Х*А  – результат измерений массовой доли насыщенных жирных кислот, полученный на анализаторе, %;

*Х*С  – результат измерений массовой доли насыщенных жирных кислот, полученный по контрольной методике, %.

Процедуру проведения контрольного измерения признают удовлетворительной, если

, (10)

где  – границы абсолютной погрешности измерений, рассчитанные по формуле (7), %;

 – границы абсолютной погрешности контрольной методики, %.

При невыполнении условия (10) повторяют измерения с использованием другой пробы. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.8.3 Результаты измерений, полученные при контроле погрешности результатов измерений, могут быть использованы при реализации контроля стабильности результатов измерений массовых долей насыщенных жирных кислот.

7.8.4 Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

При неудовлетворительных результатах контроля выясняют причины этих отклонений, в том числе проверяют работу оборудования и оператора.

**Приложение А**

**(справочное)**

**Хроматограмма стандартного раствора метиловых эфиров С4–С24 жирных кислот**

А.1 Хроматограмма стандартного раствора метиловых эфиров С4–С24 жирных кислот приведена на рисунке А.1

****

Рисунок А.1

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

УДК 637.5.04.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: мясо, мясо птицы, субпродукты, мясные продукты, мясосодержащие продукты, жирнокислотный состав, насыщенные жирные кислоты, газовая хроматография, спектроскопия в ближней инфракрасной области, метод, определение, пламенно-ионизационный детектор.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Разработчики стандарта

«Мясо и мясные продукты. Методы определения жирнокислотного состава»

ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН

|  |  |
| --- | --- |
| Директор | О.А. Кузнецова |
| Научный консультант | А.Б. Лисицын |
| Заместитель директора по научной работе | А.А. Семенова |
| Ио руководителя отдела технического регулирования и систем управления качеством | Ю.А. Кузлякина |
| Руководитель Научно-исследовательского испытательного центра  | Н.Л. Вострикова |
| Заведующий лабораторией научно-методических работ, биологических и аналитических исследований | А.В. Куликовский |
| Научный сотрудник лаборатории научно-методических работ, биологических и аналитических исследований | Д.А. Утьянов |
|  |  |