МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
31469—
2012**

ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЯИЦ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПТИЦЫ

Методы физико-химического анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом птицеперерабатывающей промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПП Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 41 от 23-24 мая 2012 г.)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 октября 2012 г. № 556-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31469—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53746–2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве офици-ального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор проб и подготовка их к анализу 2
4 Метод определения массовой доли жира с использованием фильтрующей делительной воронки 3
5 Метод определения массовой доли жира с использованием кислотного гидролиза пробы (основной метод) 6
6 Ускоренный метод определения массовой доли сухого вещества 9
7 Метод определения массовой доли сухого вещества с использованием вакуумного сушильного шкафа 12
8 Определение массовой доли белковых веществ методом Кьельдаля 13
9 Метод определения массовой доли свободных жирных кислот 17
10 Определение посторонних примесей 19
11 Определение эффективности пастеризации 20
12 Определение массовой доли хлористого натрия методом Мора 23
13 Определение массовой доли сахара и массовой доли общих углеводов 27
14 Определение концентрации водородных ионов (pH) 32
15 Определение растворимости сухих яичных продуктов гравиметрическим методом 34
16 Требования безопасности 37
Библиография 38

Поправка к ГОСТ 31469—2012 Пищевые продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы. Методы физико-химического анализа

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения

(ИУС № 6 2019 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЯИЦ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОЙ ПТИЦЫ

Методы физико-химического анализа

Foodstuffs of processed domestic poultry eggs. Methods for physicochemical analysis

Дата введения – 2013–07–01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сухие, концентрированные и жидкие яичные продукты и устанавливает методы определения в них температуры, массовой доли жира, белка, влаги, хлорида натрия, сахара и углеводов, эффективности пастеризации, посторонних примесей, активности водородных ионов (pH), растворимости сухих яичных продуктов и массовой доли свободных жирных кислот в жире сухих яичных продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135 – 2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

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 83 – 79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450 – 77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277 – 75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118 – 77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 – 77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4206 – 75 Реактивы. Калий железосинеродистый. Технические условия

ГОСТ 4220 – 75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232 – 74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4233 – 77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234 – 77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 – 77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4459 – 75 Реактивы. Калий хромово-кислый. Технические условия

ГОСТ 4461 – 77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517 – 87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4530 – 76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 4919.1 – 77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5556 – 81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ ISO 5725-1–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

Издание официальное

ГОСТ 5789 – 78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5833 – 75 Реактивы. Сахароза. Технические условия

ГОСТ 6709 – 72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9293 – 74 (ИСО 2435 – 73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9412 – 93 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 10163 – 76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026 – 76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 17433 – 80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18300 – 87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18481 – 81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 19908 – 90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20015 – 88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20469 – 95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 21240 – 89 Скальпели и ножи медицинские. Общие технические условия, и методы испытаний

ГОСТ 24104 – 2001 Весы лабораторные. Общие технические условия

ГОСТ 24363 – 80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25794.3 – 83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 26889 – 86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля

ГОСТ 28498 – 90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 – 91 (ИСО 648 – 77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 29228 – 91 (ИСО 835-2 – 81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29252 – 91 (ИСО 385-2 – 84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ 31720-2012 Пищевые продукты переработки яиц сельскохозяйственной птицы. Методы отбора проб и органолептического анализа

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим 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 Отбор проб и подготовка их к анализу

3.1 Отбор проб – по ГОСТ 31720 и нормативной документации на конкретные виды яичных продуктов.

3.2 Лабораторные пробы, отобранные и приготовленные по ГОСТ 31720, проверяют на целостность упаковки, сохранность пломб и соответствие маркировки их состоянию.

3.3 Подготовка проб для анализа

3.3.1 Материалы

Сито лабораторное из металлической проволочной сетки с размером ячеек 1 мм по [1].

Мясорубка с диаметром отверстий решетки не более 4 мм по ГОСТ 20469.

Ложка, шпатель из коррозионностойкого материала.

Скальпель по ГОСТ 21240.

Баня водяная.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных в 3.3.1.

3.3.2 Лабораторные пробы замороженных яичных продуктов размораживают, не вскрывая их упаковку, при комнатной температуре (определение степени пастеризации, pH) или на водяной бане при температуре не более 35 °С.

3.3.3 Пробы для анализа жидких, размороженных и сухих яичных продуктов отбирают из лабораторных проб после их тщательного перемешивания с помощью шпателя или ложки. Сухие яичные продукты для разбивания комков просеивают 1—3 раза через сито с размером ячеек 1 мм (при подготовке пробы для определения посторонних примесей сухие яичные продукты через сито не просеивают).

3.3.4 Лабораторные пробы вареных яиц, рулетов, яичных колбас и других яичных полуфабрикатов и кулинарных изделий измельчают скальпелем или ножом на мелкие куски, перемешивают, пропускают через мясорубку и тщательно перемешивают до однородной массы. От полученной массы отбирают пробы для анализа.

3.4 Условия и сроки хранения проб для анализа – в соответствии с нормативной документацией на яичные продукты. Не допускается замораживание и хранение в замороженном состоянии охлажденных жидких (концентрированных) проб яичных продуктов.

4 Метод определения массовой доли жира с использованием фильтрующей делительной воронки

4.1 Область применения метода

Метод предназначен для ускоренного определения массовой доли жира в сухих яичных продуктах (кроме сухого белка), не содержащих добавленный сахар и лактозу.

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

Таблица 1

В процентах

Диапазон измерения массовой доли жира	Границы абсолютной погрешности, $\pm \Delta$	Предел повторяемости ($n = 2$) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
От 5,0 до 30,0 включ.	1,1	0,7	1,4
Св. 30,0	1,4	1,0	2,0

4.3 Сущность метода заключается в растворении связанного и свободного жира анализируемой пробы экстрагирующей смесью этилового спирта и хлороформа, отделении раствора жира от остальной части пробы фильтрованием через стеклянный фильтр, выпаривании экстрагирующей смеси и взвешивании остатка после высушивания.

4.4 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г.

Шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (105 ± 2) °С.

Баня водяная.

Часы.

Штатив лабораторный.

Стаканчики типа СВ 14/8 по ГОСТ 25336.

Бюксы алюминиевые диаметром 50 мм, высотой от 25 до 35 мм.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Воронка фильтрующая делительная со шлифом ВД-2-250 ХС по ГОСТ 25336, с впаянным стеклянным фильтром ФКП-50ПОР 250 ХС или ФКП-50-ПОР 160 ХС по ГОСТ 25336.

Приемник стеклянный вместимостью не менее 100 $см^3$ с отводом для подсоединения к насосу, с краном и со шлифом диаметром, соответствующим диаметру шлифа делительной воронки.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10, 1-1-2-25 по ГОСТ 29227.

Палочка стеклянная.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Ареометр стеклянный по ГОСТ 18481.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный технический 96 %-ный по ГОСТ 18300.

Хлороформ марки х.ч. по ГОСТ 20015.

Кальций хлористый технический кальцинированный высший сорт по ГОСТ 450 или кальций хлористый прокаленный.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч, водный раствор массовой долей 10 %.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

4.5 Подготовка к проведению измерений

Отбор проб и подготовку их к испытанию проводят в соответствии с разделом 3.

4.5.1 Заправка эксикатора

На дно чистого и просушенного эксикатора помещают обезвоженный хлористый кальций (технический кальцинированный или прокаленный) или концентрированную серную кислоту. Замену хлористого кальция проводят не реже одного раза в месяц.

Плотность концентрированной серной кислоты проверяют ареометром. Если плотность серной кислоты менее 1,84 г/см^3, то ее заменяют.

4.5.2 Приготовление экстрагирующей смеси

Экстрагирующую смесь готовят смешиванием двух объемных частей хлороформа и одной части этилового ректификованного технического 96 %-ного спирта.

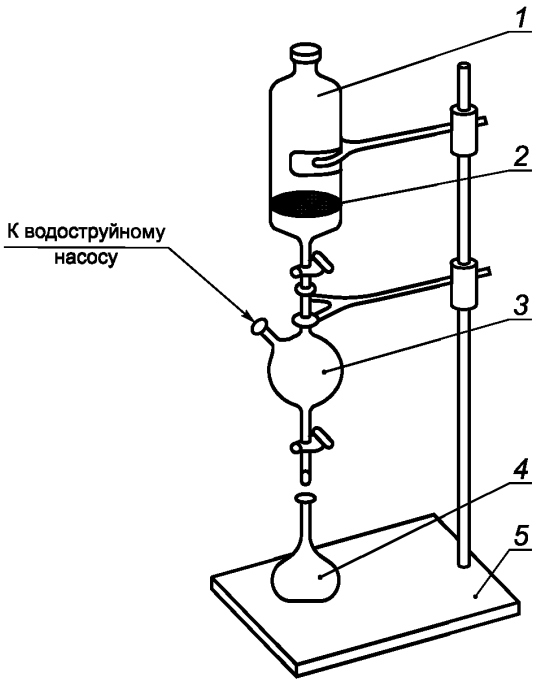
Срок хранения экстрагирующей смеси – 10 дней.

4.5.3 Подготовка фильтрующей воронки

Фильтрующую воронку перед использованием промывают 20 см^3 экстрагирующей смеси (стеклянный фильтр должен быть чистым и легко пропускать экстрагирующую смесь). После использования фильтрующую воронку промывают сначала горячей дистиллированной водой, затем этиловым спиртом и экстрагирующей смесью. Периоди-чески (при замедлении скорости фильтрования через фильтр) проводят кислотную регенерацию стеклянного фильтра. Для этого фильтрующую воронку ополаскивают водой, заливают в нее 50 – 100 см^3 смеси азотной и серной кислот в соотношении 1:1 по объему и оставляют с открытым краном на 10 – 12 ч. Отработанную смесь собирают для повторного использования, а фильтрующую воронку промывают в течение 10 – 20 мин проточной водопроводной водой, затем равными объемами по 25 – 30 см^3 дистиллированной воды, этилового спирта и экстрагирущей смеси. Спирт и экстрагирующую смесь используют повторно не более 10 раз. Один раз в полгода фильтр промывают 50 см^3 горячего раствора гидроокиси натрия массовой долей 10 %.

4.5.4 Экстракция жира

Экстракцию жира проводят с помощью прибора, показанного на рисунке 1.



1 - фильтрующая делительная воронка; *2* – стеклянный впаянный фильтр; *3* - приемник; *4* – мерная колба вместимостью 50 см^3; *5* – штатив

Рисунок 1

В стаканчике (бюксе) взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой (1,5 ± 0,2) г сухого яичного желтка или (2 ± 0,2) г яичного порошка, приготовленных по 3.3. Затем порциями приливают 10 см^3 этилового спирта при постоянном перемешивании стеклянной палочкой и оставляют на 10 мин. Пробу количественно переносят в фильтрующую делительную воронку *1* (рисунок 1), смывая частички пробы со стенок стаканчика и стеклянной палочки 10 см^3 экстрагирующей смеси. Фильтрующую воронку закрывают притертой пробкой и встряхивают, многократно переворачивая воронку в течение примерно 1 мин (75 - 80 качаний), периодически открывая пробку для выравнивания давления внутри воронки с атмосферным. Затем фильтрующую воронку подсоединяют к приемнику *3* (рисунок 1), в который предварительно добавлено 2 - 3 см^3 экстрагирующей смеси, и выдерживают 10 - 15 мин до образования слоя белковых веществ. Открывают пробку и с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, отсасывают в приемник нижний слой экстрагирующей смеси, стараясь не затрагивать слой белковых веществ для предотвращения преждевременного забивания пор фильтра. Экстракцию проводят еще два раза, используя по 10 см^3 экстрагирующей смеси, каждый раз отсасывая всю экстрагирующую смесь.

4.6 Проведение измерений

4.6.1 Полученный экстракт сливают из приемника в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Фильтрующую воронку и приемник ополаскивают 5 см^3 экстрагирующей смеси, которую сливают в мерную колбу. Доводят объем раствора в мерной колбе до метки экстрагирующей смесью и перемешивают.

4.6.2 Отбирают пипеткой аликвотную часть полученного экстракта 15 – 20 см^3 и переносят в предварительно высушенную и взвешенную с погрешностью не более 0,001 г бюксу. Экстрагирующую смесь выпаривают, не допуская вскипания на водяной бане, до исчезновения запаха хлороформа и спирта и досушивают в течение 15 – 20 мин в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

4.6.3 Для определения поправки на нелипидные примеси в экстракте в бюксу с подсушенной пробой жира приливают 10 см^3 хлороформа, настаивают не менее 5 мин, после чего хлороформенный раствор

сливают. Растворение липидов повторяют еще два раза. Бюксу с оставшимися нелипидными примесями помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (105 ± 2) °С в течение 5 мин, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

4.7 Обработка результатов

Массовую долю жира в пробе, X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = 100 \cdot \frac{(m_1 - m_2) \cdot 50}{m \cdot V} , \quad (1)$$

где m_1 – масса бюкса с жиром, г;

m_2 – масса бюкса с нелипидными примесями, г;

m – масса пробы сухого яичного желтка или яичного порошка, взятой для анализа, г;

V – аликвотный объем экстракта, отобранный для высушивания, $см^3$;

50 – объем экстракта, из которого отбирается аликвота для высушивания (4.6.1), $см^3$.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух определений массовой доли жира, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух идентичных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r , \quad (2)$$

где X_1, X_2 – результаты определений массовой доли жира для двух идентичных проб, %;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (см. таблицу 1).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{0,95} , \quad (3)$$

где $\overline{X_1}$, $\overline{X_2}$ – среднеарифметические результатов определений массовой доли жира, полученных в двух разных лабораториях (по два параллельных определения в каждой лаборатории), %;

$CD_{0,95}$ – критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2 = 2$, % (см. таблицу 1).

4.8 Оформление результатов измерений

Вычисления среднеарифметического результатов определений выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

Результат измерений представляют в виде

$$\bar{X}_1 \pm \Delta , \quad (4)$$

где $\bar{X}_1$ – среднеарифметическое результатов определений массовой доли жира для двух идентичных проб, признанных приемлемыми по 4.5, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (таблица 1).

Массовую долю жира Y_1, %, в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$Y_1 = X_1 \cdot \frac{100}{W} , \quad (5)$$

где X_1 – массовая доля жира в пробе, %;

W – массовая доля сухого вещества в пробе, измеренная в соответствии с разделом 6, %.

5 Метод определения массовой доли жира с использованием кислотного гидролиза пробы (основной метод)

5.1 Область применения метода

Метод предназначен для определения массовой доли жира в жидких и сухих яичных продуктах (кроме яичного белка), в яичных полуфабрикатах и кулинарных изделиях, включая яичные продукты с добавкой соли и сахара. Этот метод применяется при возникновении разногласий.

5.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2 В процентах

Диапазон измерения массовой доли жира	Границы абсолютной погрешности, $\pm \Delta$	Предел повторяемости ($n = 2$) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
От 3,0 до 20,0 включ.	0,8	0,5	1,1
Св. 20,0 до 30,0 включ.	1,1	0,8	1,5
Св. 30,0	1,4	1,0	2,0

5.3 Сущность метода заключается в гидролизе анализируемой пробы соляной кислотой, экстракции выделившегося жира диэтиловым и петролейным эфирами, выпаривании эфира и взвешивании сухого остатка. Для проб яичных продуктов с добавленными солью или сахаром измеряют поправку, учитывающую неполноту экстракции эфиром: водную фазу, остающуюся после экстракции эфиром, дополнительно фильтруют через бумажный фильтр и определяют количество жира, задержанного фильтром, методом Сокслета.

5.4 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (100 ± 2) °С.

Баня водяная с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры от 70 °С до 100 °С с точностью ± 2 °С.

Часы.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или колбонагреватель.

Аппарат Сокслета, состоящий из холодильника ХШ-2-250-45/40 ХС по ГОСТ 25336, насадки для экстрагирования НЭТ 250 ТХС по ГОСТ 25336, экстракционной колбы П-1-500-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-1-250-19/26 ТХС и Кн-1-100-19/26 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1-250 ТСХ по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-300-19/26 по ГОСТ 25336.

Воронка стеклянная В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1-50-2 или 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр мерный с пришлифованной пробкой 1-250-1 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1-1-5 или 1-1-10 по ГОСТ 29228.

Стеклянные шарики или кусочки фарфора.

Бумага лакмусовая.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Эфир петролейный с точкой кипения от 40 °С до 70 °С, х.ч., массовая доля сухого остатка после выпаривания не более 0,001 %.

Эфир диэтиловый (эфир этиловый), ч., массовая доля сухого остатка после выпаривания не более 0,001 %.

Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1,19 г/см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Штатив лабораторный.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

5.5 Подготовка к проведению измерений

Отбор проб и подготовку их к испытанию проводят в соответствии с разделом 3.

5.5.1 Заправка эксикатора – по 4.5.1.

5.5.2 Кислотный гидролиз пробы

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают: 5 г жидкого яичного желтка или 7,5 г жидкого меланжа, или 2 г сухого яичного желтка, или 3 г яичного порошка, или от 4 до 5 г других яичных продуктов. Взвешивание анализируемой пробы проводят с записью результата в граммах до третьего знака после запятой. Осторожно добавляют при энергичном встряхивании 25 см^3 концентрированной соляной кислоты и, в случае сухих яичных продуктов, 5 см^3 воды, смывая частицы пробы со стенок колбы. Колбу накрывают обратным холодильником, помещают на водяную баню, нагретую до 70 °С, доводят водяную баню до кипения и выдерживают в кипящей водяной бане в течение (30 ± 1) мин, периодически (примерно через каждые 5 мин) встряхивая содержимое колбы. Затем добавляют 25 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры.

5.5.3 Экстракция жира

Содержимое конической колбы количественно переносят в мерный цилиндр вместимостью 250 см^3 с пришлифованной пробкой, промывая колбу сначала двумя порциями по 5 см^3 дистиллированной воды, затем двумя порциями по 5 см^3 диэтилового эфира, добавляя эти порции воды и эфира в цилиндр. Добавляют в цилиндр 20 см^3 диэтилового эфира и перемешивают. Колбу промывают еще два раза порциями по 5 см^3 петролейного эфира, добавляя их в цилиндр. В цилиндр добавляют еще 20 см^3 петролейного эфира, закрывают пришлифованной пробкой, перемешивают содержимое переворачиванием цилиндра в течение 1 мин, периодически открывая пробку для сброса давления, и оставляют до полного расслоения на вводно-кислотную и эфирную фазы (эфирная фаза должна быть прозрачной). Верхний эфирный слой с помощью пипетки осторожно декантируют в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см^3 с кусочками фарфора, предварительно высушенную и взвешенную, с записью результата в граммах до третьего знака после запятой. Экстракцию жира повторяют еще два раза, добавляя в цилиндр каждый раз 15 см^3 диэтилового эфира и 15 см^3 петролейного эфира.

5.6 Проведение измерений

5.6.1 Коническую колбу или стакан с объединенным эфирным экстрактом помещают на кипящую водяную баню и выпаривают эфир до отсутствия его запаха. Затем колбу досушивают в сушильном шкафу при температуре (100 ± 2) °С до постоянной массы. Через 20 - 25 мин колбу вынимают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикато- ре и взвешивают с записью результата в граммах до третьего знака после запятой. Нагревание, охлаждение и взвешивание колбы повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний будет не более 0,001 г. Если при последующем взвешивании масса колбы с жиром увеличивается, то берут минимальное значение массы колбы. Массу экстрагированного жира вычисляют по разности масс колбы с жиром и чистой колбы.

5.6.2 В случае яичных продуктов с добавленной солью или сахаром водно-кислотный слой, остающийся после экстракции эфиром, дополнительно фильтруют через складчатый фильтр из фильтровальной бумаги и промывают фильтр горячей дистиллированной водой до отсутствия изменения цвета синей лакмусовой бумажки. Промытый фильтр помещают на часовое стекло или в чашку Петри и высушивают в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре (100 ± 2) °С. Затем фильтр с часовым стеклом или чашкой Петри охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, фильтр помещают в гильзу из фильтровальной бумаги. Кусочком ваты, смоченным петролейным эфиром, протирают часовое стекло (чашку Петри) и помещают этот кусочек ваты в ту же гильзу из фильтровальной бумаги. Гильзу вставляют в насадку для экстрагирования аппарата Сокслета. В предварительно высушенную и взвешенную с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой экстракционную колбу аппарата Сокслета с кусочками фарфора наливают петролейный эфир (общее количество эфира должно быть в полтора – два раза больше объема насадки для экстрагирования). Экстракцию проводят в течение 4 ч, поместив экстракционную колбу на электроплитку с асбестовым покрытием или в колбонагреватель.

Выпаривание растворителя из экстракционной колбы и определение массы жира, выделенного из вводно-кислотного слоя, проводят в соответствии с 5.6.1.

Измеренное значение массы жира, выделенного из вводно-кислотного слоя, прибавляют к значению массы жира, измеренной по 5.7.1.

5.6.3 Параллельно с анализом пробы проводят «холостой» опыт на реактивы.

5.7 Обработка результатов

Массовую долю жира в пробе, X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = 100 \cdot \frac{(m_1 - m_2)}{m} , \quad (6)$$

где m_1 – общая масса жира, экстрагированного по 5.6.1 и 5.6.2, г;

m_2 – поправка на реактивы в «холостом» опыте, г;

m – масса анализируемой пробы яичного продукта, взятого для определения по 5.5.2 , г;

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух определений массовой доли жира, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух идентичных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r , \quad (7)$$

где X_1 , X_2 – результаты определений массовой доли жира в двух идентичных пробах, %;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (см. таблицу 2).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях (по два параллельных определения в каждой лаборатории), разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{0,95} , \quad (8)$$

где $\overline{X_1}$, $\overline{X_2}$ – среднеарифметические результатов определений массовой доли жира, полученных в двух разных лабораториях (по два параллельных определения в каждой лаборатории), %;

$CD_{0,95}$ – критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2$ = 2, % (см. таблицу 2).

5.8 Оформление результатов определений

Вычисления среднеарифметического результатов определений выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

Результат определения массовой доли жира представляют в виде

$$\overline{X}_2 \pm \Delta , \quad (9)$$

где $\overline{X_2}$ – среднеарифметическое результатов определений массовой доли жира в двух идентичных пробах, признанных приемлемыми по 5.8, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (см. таблицу 2).

Массовую долю жира в пересчете на сухое вещество, Y_2, %, вычисляют по формуле

$$Y_2 = \overline{X}_2 \cdot \frac{100}{W} , \quad (10)$$

где $\overline{X_2}$ – среднеарифметическое результатов определений массовой доли жира в пробе, %;

W – массовая доля сухого вещества в пробе, измеренная в соответствии с разделом 6, %.

6 Ускоренный метод определения массовой доли сухого вещества

6.1 Область применения метода

Метод предназначен для ускоренного определения массовой доли сухого вещества в жидких и сухих яичных продуктах, в яичных полуфабрикатах и кулинарных изделиях.

6.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3 В процентах

Наименование показателя	Диапазон измерения	Границы абсолютной погрешности, ± Δ	Предел повторяемости (n = 2) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
Массовая доля сухого вещества в жидком яичном желтке	От 25,0 до 55,0 включ.	0,6	0,4	0,9
Массовая доля сухого вещества в жидком яичном меланже, жидком белке и в яичных полуфабрикатах и кулинарных изделиях	Св. 8,0 до 45,0 включ.	0,5	0,4	0,7
Массовая доля сухого вещества в сухих яичных продуктах	Св. 75,0 до 99,5 включ.	0,7	0,4	1,0

6.3 Сущность метода заключается в измерении изменения массы пробы при ее высушивании в сушильном шкафу при температуре 105 °С.

6.4 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры от 70 °С до 105 °С с точностью ± 2 °С.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру (500 ± 25) °С.

Цилиндр мерный 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Часы.

Сито с диаметром отверстий от 1,0 до 1,5 мм по [1].

Бюксы металлические диаметром 25 - 40 мм, высотой 35 - 60 мм с крышкой.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Стакан фарфоровый от 5-го до 9-го номера по ГОСТ 9147.

Стаканчики для взвешивания типа СН по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Песок кварцевый (морской или речной).

Спирт этиловый ректификованный 96 %-ный по ГОСТ 18300.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч., водный раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

6.5 Подготовка к проведению измерений

Отбор проб и подготовку их к испытанию проводят в соответствии с разделом 3.

6.5.1 Заправка эксикатора – по 4.5.1.

6.5.2 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерном цилиндре вместимостью 100 см^3 взвешивают 1,7 г азотнокислого серебра и растворяют дистиллированной водой до объема 100 см^3.

Срок хранения раствора в темной плотно закрытой посуде в защищенном от света месте – 6 мес.

6.5.3 Подготовка кварцевого песка

Просеянный через сито кварцевый песок промывают водопроводной водой до тех пор, пока вода не станет прозрачной. Затем его заливают горячей концентрированной или разбавленной соляной кислотой в соотношении 1:1 и выдерживают в течение 9 - 10 ч, периодически перемешивая стеклянной палочкой. После этого песок промывают сначала водопроводной, а затем дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлориды. Для этого периодически отбирают пробу промывных вод и добавляют 1 - 2 капли раствора азотнокислого серебра молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3. Отсутствие помутнения раствора свидетельствует об отрицательной реакции на хлориды. Промытый песок высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С и прокаливают в муфельной печи при температуре 500 °С в течение 2 ч.

6.5.4 Приготовление проб жидких яичных продуктов

В металлический бюкс помещают 15 - 20 г кварцевого песка (6.5.3), стеклянную палочку, высушивают вместе с крышкой в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой. В бюкс добавляют (5,0 ± 0,5) г пробы жидкого яичного продукта по 3.3 и взвешивают вместе с крышкой и стеклянной палочкой с с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой. Затем добавляют 5 $см^3$ этилового спирта и содержимое бюксы тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

6.5.5 Приготовление проб сухих яичных продуктов

В металлический бюкс, предварительно высушенный вместе с крышкой, охлажденный в эксикаторе и взвешенный (вместе с крышкой), помещают (3,5 ± 0,5) г пробы сухого яичного продукта по 3.3 с записью результатов взвешивания в граммах до третьего знака после запятой.

6.5.6 Пробы яичных полуфабрикатов и кулинарных изделий готовят по 6.5.4.

6.6 Проведение измерений

6.6.1 Жидкие яичные продукты, яичные полуфабрикаты и кулинарные изделия

Крышку и открытый бюкс с анализируемой пробой вместе со стеклянной палочкой помещают в нагретый до температуры (70 ± 2) °С сушильный шкаф и сушат в течение 1 ч при этой температуре, периодически перемешивая стеклянной палочкой. После этого увеличивают температуру до (105 ± 2) °С и продолжают сушить в течение 4 ч. Затем бюксу закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, взвешивают с записью результата в граммах до третьего знака после запятой и сушат еще в течение 1 ч при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе, взвешивают и продолжают эти операции до тех пор, пока расхождение между последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,002 г.

6.6.2 Сухие яичные продукты

Крышку и открытый бюкс помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (105 ± 2) °С, и сушат при этой температуре до постоянной массы, как указано в 6.6.1.

6.7 Обработка результатов определений

Массовую долю сухого вещества в пробе W, %, вычисляют по формуле

$$W = 100 \cdot \frac{(m_1 - m_2)}{m}, \quad (11)$$

где m_1 – масса бюкса с анализируемой пробой и крышкой или, для жидких продуктов, с песком и стеклянной палочкой после высушивания до постоянной массы по 6.6.1 или 6.6.2, г;

m_2 – масса бюкса с крышкой или, для жидких продуктов, с песком и стеклянной палочкой по 6.5.5, г;

m – масса анализируемой пробы по 6.5.4 или 6.5.5, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух определений массовой доли сухого вещества, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух идентичных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|W_1 - W_2| \le r, \quad (12)$$

где W_1, W_2 – результаты определений массовой доли сухих веществ для двух идентичных проб, %;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (см. таблицу 3).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях (по два параллельных измерения в каждой лаборатории), разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$|\overline{W_1} - \overline{W_2}| \le CD_{0,95}, \quad (13)$$

где $\overline{W_1}$, $\overline{W_2}$ – среднеарифметические результатов определений массовой доли сухих веществ, полученных в двух разных лабораториях (по два параллельных определения в каждой лаборатории), %;

$CD_{0,95}$ – критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2 = 2$, % (см. таблицу 3).

6.8 Оформление результатов определений

Вычисления среднеарифметического результатов определений проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

Результат определений представляют в виде

$$\overline{W} \pm \Delta \ , \qquad (14)$$

где $\overline{W}$ – среднеарифметическое результатов измерений массовой доли жира для двух идентичных проб, признанных приемлемыми по 6.5, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (см. таблицу 3).

7 Метод определения массовой доли сухого вещества с использованием вакуумного сушильного шкафа

7.1 Область применения метода

Метод предназначен для определения массовой доли сухого вещества в жидких и сухих яичных продуктах и применяется в случае возникновения разногласий в содержании сухого вещества в яичных продуктах.

7.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 4.

Таблица 4 — В процентах

Наименование показателя	Диапазон измерения	Границы абсолютной погрешности, ± Δ	Предел повторяемости (n = 2) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
Массовая доля сухого вещества в жидких яичных продуктах	От 8,0 до 60,0 включ.	0,6	0,3	0,8
Массовая доля сухого вещества в сухих яичных продуктах	Св. 75,0 до 99,8 включ.	0,4	0,2	0,5

7.3 Сущность метода заключается в определении изменения массы анализируемой пробы при ее высушивании в вакуумном сушильном шкафу при температуре 99 °С.

7.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г.

Шкаф сушильный вакуумный лабораторный с терморегулятором и вакуумным насосом, обеспечивающий поддержание температуры (99 ± 1) °С и абсолютное давление воздуха внутри шкафа не более 2,2 кПа. Шкаф должен быть оборудован устройством для впуска сухого воздуха или сухого инертного газа при сбросе давления.

Газ инертный (азот, аргон) сухой сжатый по ГОСТ 9293 или воздух сухой по ГОСТ 17433, х.ч.

Баня водяная.

Часы.

Бюксы металлические диаметром 25 - 40 мм, высотой 35 - 60 мм с крышкой.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

7.5 Подготовка к проведению измерений

7.5.1 Заправка эксикатора – по 4.5.1.

7.5.2 Подготовка бюксов

Металлические бюксы вместе с крышками высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре (99 ± 1) °С, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой.

7.5.3 Отбор проб и подготовку их к испытанию проводят в соответствии с разделом 3.

7.6 Проведение измерений

В предварительно высушенный и взвешенный с погрешностью не более 0,001 г бюкс помещают (5,0 ± 0,5) г жидкого яичного продукта или (2,0 ± 0,2) г сухого яичного продукта и взвешивают бюкс вместе с пробой и крышкой с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой. Бюкс с жидким сухим яичным продуктом предварительно помещают на кипящую водяную баню, и выпаривают основную массу воды. Бюкс прикрывают неплотно крышкой и помещают в нагретый вакуумный сушильный шкаф, вакуумируют до остаточного давления воздуха внутри шкафа не более 2,2 кПа и сушат при температуре (99 ± 1) °С в течение 5 ч. Затем впускают сухой воздух или сухой инертный газ для выравнивания давления внутри шкафа с атмосферным, плотно закрывают бюкс крышкой, переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой. Сушку, охлаждение и взвешивание бюкса повторяют с интервалом в 2 ч до достижения постоянной массы (расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний не более 0,001 г).

7.7 Обработка и оформление результатов

Обработку и оформление результатов определений проводят по 6.7 и 6.8, используя значения границ абсолютной погрешности, пределов повторяемости и критической разницы в соответствии с таблицей 4.

8 Определение массовой доли белковых веществ методом Кьельдаля

8.1 Область применения метода

Метод предназначен для определения массовой доли белковых веществ в жидких и сухих яичных продуктах, в яичных полуфабрикатах и кулинарных изделиях.

8.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 5.

Таблица 5

В процентах

Наименование показателя	Диапазон определения	Границы абсолютной погрешности, ± Δ	Предел повторяемости ($n = 2$) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
Массовая доля белка в жидком яичном белке, желтке, меланже, яичных полуфабрикатах и кулинарных изделиях из них	От 4,0 до 25,0 включ.	1,0	0,6	1,2
Массовая доля белка в сухом яичном желтке	Св. 25,0 до 45,0 включ.	1,2	0,8	1,4
Массовая доля белка в яичном порошке	Св. 30,0 до 55,0 включ.	0,9	0,5	1,0
Массовая доля белка в сухом яичном белке	Св. 75,0 до 98,0 включ.	0,9	0,5	1,0

8.3 Сущность метода заключается в определении массовой доли общего азота, содержащегося в анализируемой пробе, путем ее минерализации (разложении) кипящей концентрированной серной кислотой с образованием солей аммония, превращении аммония в аммиак с помощью подщелачивания минерализата, отгонке аммиака горячим паром и определении количества отогнанного аммиака титриметрическим методом. Массовая доля азота пересчитывается на массовую долю белка с помощью коэффицента 6,25.

8.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

8.4.1 Реактивы

Все используемые реактивы должны быть аналитически чистыми. Нужно использовать дистиллированную воду или эквивалентной чистоты.

8.4.1.1 Сульфат меди (II), пентагидрат ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$).

8.4.1.2 Сульфат калия (K_2SO_4); безводный.

8.4.1.3 Серная кислота, ρ_{20} 1,84 г/дм^3.

8.4.1.4 Раствор гидроокиси натрия, не содержащий карбонат, содержащий приблизительно 33 г гидроокиси натрия (NaOH) на 100 г раствора.

Растворить 500 г гидроокиси натрия в 1000 $см^3$ воды.

8.4.1.5 Раствор борной кислоты.

Растворить 40 г борной кислоты (H_3BO_3) в воде и разбавить до 1000 $см^3$.

8.4.1.6 Соляная кислота, 0,1 моль/$дм^3$ стандартный титрованный раствор, нормальность которого известна до четвертого знака.

8.4.1.7 Индикаторный раствор.

Смесь индикаторов (метиловый красный; метиленовый синий), приготовленная растворением 2 г метилового красного и 1 г метиленового синего в 1000 $см^3$ 95 %-ного (*V/V*) этанола. Изменение окраски индикаторного раствора происходит при pH 5,4.

Хранить индикаторный раствор в коричневой склянке в темном прохладном месте.

8.4.1.8 Регуляторы кипения.

Для минерализации

Стеклянные шарики, карбид кремния и осколки твердого фарфора.

Для дистилляции

Карбид кремния или свежепрокаленные кусочки пемзы.

8.4.2 Средства измерений и вспомогательные устройства

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в 8.4.2.1 – 8.4.2.8.

8.4.2.1 Механический волчок для мяса лабораторного размера, оснащенный решеткой с отверстиями диаметром не более 4 мм.

8.4.2.2 Жиронепроницаемая бумага.

8.4.2.3 Бюретка вместимостью 50 $см^3$.

8.4.2.4 Колба Къельдаля, вместимостью не более 800 $см^3$, оснащенная, если это необходимо, грушевидным стеклянным конусом, свободно помещенным на горлышке колбы.

8.4.2.5 Прибор для паровой дистилляции или обычный аппарат для дистилляции.

8.4.2.6 Приспособление для нагрева, на котором можно нагревать колбу Къельдаля в наклонном положении таким образом, чтобы пламя касалось только той части стенки колбы, которая находится ниже уровня жидкости.

Для нагревания газом подходящим приспособлением является асбестовая пластина с круглым отверстием, так что свободное пламя воздействует только на самую нижнюю часть колбы.

8.4.2.7 Эффективное приспособление для отсасывания кислых паров, которые выделяются при минерализации.

8.4.2.8 Аналитические весы.

8.5 Подготовка к проведению измерений

8.5.1 Проверку аппарата для отгонки аммиака проводят по ГОСТ 26889.

8.5.2 Отбор проб и подготовку их к анализу проводят в соответствии с разделом 3.

8.5.3 Для анализа отбирают: 3 г жидкого меланжа, жидкого белка, яичного полуфабриката или кулинарного изделия, (2,0 ± 0,2) г жидкого желтка, (1,0 ± 0,1) г яичного порошка или сухого яичного желтка, или (0,5 ± 0,1) г сухого яичного белка, взвешенные с записью результата в граммах до третьего знака после запятой.

8.6 Кислотная минерализация анализируемой пробы, отгонка аммиака и определение массовой доли общего азота

8.6.1 Приготовление анализируемой пробы

Гомогенизировать лабораторную пробу, пропуская ее минимум дважды через волчок (п. 8.4.2.1) и перемешивая. Хранить лабораторную пробу в герметично закупоренной до конца заполненной стеклянной банке таким образом, чтобы избежать порчи и изменения состава. Анализировать пробу по возможности сразу после гомогенизации, но не позднее чем через 24 ч.

8.6.2 Поместить несколько регуляторов кипения (8.4.1.8) в колбу Къельдаля (8.4.2.4), а затем добавить примерно 15 г безводного сульфата калия (8.4.1.2) и 0,5 г сульфата меди (II) (8.4.1.1).

Анализируемую пробу, приготовленную по 8.6.1, отвесить на кусочек жиронепроницаемой бумаги (8.4.2.2).

Поместить жиронепроницаемую бумагу и анализируемую пробу в колбу Къельдаля.

8.6.3 Определение

Добавить 25 см^3 серной кислоты (8.4.1.3) в колбу Къельдаля. Перемешать, слегка вращая колбу с жидкостью. Если необходимо, можно вставить грушевидный стеклянный конус в горловину колбы тонким концом вниз.

Поместить колбу в наклонном положении (под углом около 40° от вертикального положения) на нагревательное устройство (8.4.2.6). Сначала колбу слегка нагреть до окончания пенообразования и до полной минерализации содержимого. Затем продолжить минерализацию при энергичном кипении, время от времени поворачивая колбу, до тех пор, пока жидкость не станет абсолютно прозрачной и не приобретет светлую зелено-голубую окраску. Продолжать кипятить жидкость еще в течение 90 мин.

Общая продолжительность минерализации не должна быть меньше 2 ч. Следить за тем, чтобы содержимое колбы не попадало на наружную поверхность колбы. Не допускать чрезмерного улетучивания серной кислоты в результате перегрева во время минерализации, так как это может вызвать потерю азота.

Охладить до 40 °С и осторожно добавить примерно 50 см^3 воды. Перемешать и продолжить охлаждение.

Налить в коническую колбу вместимостью примерно 500 см^3 50 см^3 раствора борной кислоты (8.4.1.5) из мерного цилиндра, добавить 4 капли индикаторного раствора (8.4.1.7), перемешать и подсоединить колбу к холодильнику дистилляционного аппарат (8.4.2.5) таким образом, чтобы выходное отверстие наконечника погрузилось в жидкость.

Обработать содержимое колбы Къельдаля одним из следующих способов:

а) при паровой дистилляции:

поместить содержимое колбы Къельдаля в аппарат для дистилляции и промыть колбу примерно 50 см^3 воды. Добавить 100 см^3 раствора гидроокиси натрия (8.4.1.4) с помощью мерного цилиндра, осторожно вливая вдоль наклонного горлышка колбы таким образом, чтобы два слоя содержимого колбы не перемешивались. После этого немедленно присоединить колбу к перегонной насадке дистилляционного аппарата. Нагреть щелочную жидкость, пропуская через нее пар до начала кипения, и кипятить в течение 20 мин. Сначала слегка нагревать до небольшого образования пены. Собранное количество дистиллята должно быть не менее 150 см^3;

б) при обычной дистилляции:

осторожно разбавить содержимое колбы Къельдаля примерно 30 см^3 воды и перемешать, вращая колбу с жидкостью. Если необходимо, перелить все в колбу вместимостью 1000 см^3. Примерно через 15 мин добавить 100 см^3 раствора гидроокиси натрия (8.4.1.4) из мерного цилиндра, осторожно наливая вдоль наклонного горлышка колбы таким образом, чтобы два слоя в колбе не перемешивались. Сразу же после этого присоединить колбу к перегонной насадке дистилляционного аппарата.

Перегнать примерно 150 см^3 жидкости, даже если смесь иногда вскипает. продолжить дистилляцию до тех пор, пока смесь не начнет иногда вскипать, или до тех пор, пока не будет собрано 250 см^3 дистиллята. Необходимо проверить, достаточно ли охлажден дистиллят, и не допускать нагревания раствора борной кислоты.

В любом случае опустить коническую приемную колбу до завершения дистилляции таким образом, чтобы выходное отверстие наконечника располагалось над уровнем жидкости. Промыть выходное отверстие наконечника небольшим количеством воды. Проверить окончание дистилляции аммиака с помощью красной лакмусовой бумажки, смоченной дистиллированной водой; ее цвет не должен измениться под влиянием капель из конденсатора. Нагревание прекращают. Если дистилляция еще не завершена, проводят повторное определение, тщательно выполняя методические указания.

Оттитровать содержимое конической приемной колбы раствором соляной кислоты (8.4.1.6). Объем соляной кислоты, используемой на титрование, определить с точностью до 0,02 см^3.

Проводить два параллельных определения одного и того же образца.

8.6.4 Контрольный опыт

Всегда проводить контрольный опыт (дважды), когда используются свежие партии реактивов или свежеприготовленные растворы. Рекомендуется проводить слепой опыт обычно для реактивов и растворов, которые уже были использованы в течение какого-то времени. Проводить слепой опыт в соответствии с 8.6.3, используя только кусочек жиронепроницаемой бумаги (8.4.2.2).

8.6.5 Выражение результатов

8.6.5.1 Метод подсчета и формула

Массовую долю азота в процентах от массы продукта вычисляют по формуле

$$0{,}0014 \cdot (V_1 - V_0)\frac{100}{m},$$

где V_0 – объем 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, необходимый для проведения слепого опыта, см^3;

V_1 – объем 0,1 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, необходимый для определения, см^3;

m – масса анализируемой пробы, г.

Примечание – Если используемый стандартный титрованный раствор соляной кислоты не имеет точно такую концентрацию, как указано в 8.4.1.6, то необходимо для подсчета результата использовать соответствующий поправочный коэффициент.

В качестве окончательного результата берут среднеарифметическое значение результатов двух определений в том случае, если требования воспроизводимости анализа удовлетворено.

Результат приводят с точностью до 0,01 г азота на 100 г образца.

8.6.5.2 Воспроизводимость анализа

Разница между результатами двух определений, выполненных почти одновременно или с небольшим промежутком времени одним и тем же химико-аналитиком, не должна превышать 0,10 г азота на 100 г образца.

8.6.6 Примечание по методике

8.6.6.1 Определение необходимо проводить в лаборатории свободной от паров аммиака.

8.6.6.2 Возможно также определять азот в кратном количестве содержимого колбы Къельдаля. При этих условиях может потребоваться соответствующая модификация приборов и методики (количество и концентрация используемых реактивов, продолжительность дистилляции, объем дистиллята). Эти модификации необходимо отразить в отчете об эксперименте.

8.6.6.3 Азот, образующийся из небелковых соединений, также будет включен в определение и даст неточные результаты по содержанию азота.

8.7 Обработка результатов измерений

Массовую долю белковых веществ, P, %, рассчитывают по формуле

$$P = 6{,}25 \cdot X_3, \qquad (15)$$

где X_3 – массовая доля общего азота, измеренная по 8.6.5, %.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух определений массовой доли белка, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух параллельных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|P_1 - P_2| \le r, \qquad (16)$$

где P_1 , P_2 – результаты определений массовой доли белковых веществ для двух идентичных проб, %;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (см. таблицу 5).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях (по два параллельных определения в каждой лаборатории), разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$|\bar{P}_1 - \bar{P}_2| \le CD_{0,95}, \qquad (17)$$

где $\bar{P}_1, \bar{P}_2$ – среднеарифметические результатов определений массовой доли белковых веществ, полученных в двух разных лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ – критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2$ = 2, % (см. таблицу 5).

8.8 Оформление результатов определений

Вычисления среднеарифметического результатов определений выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

Результат измерений представляют в виде

$$\overline{P} \pm \Delta \ , \qquad (18)$$

где $\overline{P}$ – среднеарифметическое результатов определений массовой доли белковых веществ для двух идентичных проб, признанных приемлемыми по 8.6, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (см. таблицу 5).

8.9 Массовую долю белковых веществ в пересчета на сухое вещество, P_1, %, вычисляют по формуле

$$P_1 = 100 \cdot \frac{\overline{P}}{W} \ , \qquad (19)$$

где W – массовая доля сухих веществ, определяемая в соответствии с разделами 6 или 7, %;

$\overline{P}$ – среднеарифметическое результатов определений массовой доли белковых веществ, %.

9 Метод определения массовой доли свободных жирных кислот

9.1 Область применения метода

Метод предназначен для определения массовой доли свободных жирных кислот в пересчете на олеиновую кислоту в жире сухого яичного желтка и яичного порошка.

9.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 6.

Таблица 6 В процентах

Диапазон измерения массовой доли жирных кислот в жире сухого яичного желтка и яичного порошка в пересчете на олеиновую кислоту	Границы абсолютной погрешности, $\pm \Delta$	Предел повторяемости (n = 2) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
От 2,0 до 14,0 включ.	0,5	0,3	0,9

9.3 Сущность метода заключается в экстракции жира диэтиловым эфиром, выпаривании эфира, растворении сухого остатка в толуоле и титровании содержащихся в полученном растворе свободных жирных кислот раствором гидроокиси калия в 96 %-ном этиловом спирте с последующим пересчетом результата титрования на олеиновую кислоту.

9.4 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (100 ± 1) °С.

Баня водяная.

Цилиндр мерный 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 2-1000 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1-150 ТСХ и Кн-1-250 по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-1-1-10-0,02 или 1-2-1-10-0,02 по ГОСТ 29252 с устройством для заливки.

Цилиндр мерный 1-5-2 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Эфир диэтиловый.

Спирт этиловый ректификованный 96%-ный по ГОСТ 18300.

Стандарт-титр для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3.

Толуол по ГОСТ 5789, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч.

Фенолфталеин, ч.д.а.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

9.5 Подготовка к проведению измерений

9.5.1 Отбор проб и подготовку их к испытанию проводят в соответствии с разделом 3.

9.5.2 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина массовой концентрацией 10 г/дм^3 (индикатор)

В конической колбе вместимостью 150 см^3 взвешивают (1,00 ± 0,01) г фенолфталеина, добавляют 100 см^3 этилового спирта и перемешивают.

Срок хранения раствора – не более 6 мес.

9.5.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра (9.4).

Срок хранения раствора – 4 мес.

9.5.4 Приготовление раствора гидроокиси калия в этиловом спирте молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в 96%-ном этиловом спирте 2,805 г гидроокиси калия и доводят объем тем же спиртом до 1000 см^3.

Раствор гидроокиси калия в 96%-ном этиловом спирте готовят не менее чем за 24 ч до проведения анализа.

Срок хранения раствора гидроокиси калия в плотно закрытой посуде из полиэтилена – 1 мес.

9.5.5 Перед использованием или не реже одного раза в день проверяют молярную концентрацию раствора гидроокиси калия в 96 %-ном этиловом спирте. Для этого в коническую колбу отмеряют с помощью бюретки 10 см^3 водного раствора соляной кислоты молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3, добавляют 2—3 капли спиртового раствора фенолфталеина (9.5.1) и титруют из другой бюретки раствором гидроокиси калия до появления розовой окраски раствора.

Молярную концентрацию гидроокиси калия, С, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = 0{,}1\frac{V_1}{V_2}, \qquad (20)$$

где 0,1 – молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм^3;

V_1 – объем раствора соляной кислоты молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3, взятый для титрования, см^3;

V_2 – объем раствора гидроокиси калия в этиловом спирте, израсходованный на титрование раствора соляной кислоты, см^3.

Если измеренная концентрация гидроокиси калия отличается от значения 0,05 моль/дм^3 более чем на 10 %, то готовят свежий раствор по 9.5.4.

9.5.6 Приготовление толуола

Перед проведением определения или не реже одного раза в день проверяют реакцию толуола по фенолфталеину. Если реакция отличается от нейтральной, то титруют 30 см^3 толуола раствором гидроокиси калия в этиловом спирте молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3. Объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование толуола, учитывают при обработке результатов испытаний.

9.5.7 Экстракция жира из пробы

В конической колбе со шлифом вместимостью 150 см^3 взвешивают примерно 2 г яичного порошка или сухого яичного желтка с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой, добавляют 30 см^3 диэтилового эфира и хорошо перемешивают. Колбу закрывают и отстаивают до осветления жидкости. Жидкость фильтруют через бумажный фильтр в другую коническую колбу вместимостью 250 см^3. Экстрагирование повторяют трижды, используя для каждой последующей экстракции 20 см^3 диэтилового эфира. Диэтиловый эфир выпаривают на кипящей водяной бане, досушивают остаток в сушильном шкафу при температуре (100 ± 1) °С в течение 15 мин и охлаждают до комнатной температуры.

9.6 Проведение измерений

В коническую колбу с сухим остатком по 9.5.7 добавляют 30 см^3 толуола, 3—4 капли раствора фенолфталеина, перемешивают и титруют раствором гидроокиси калия в этиловом спирте до изменения желтой окраски на розовую.

9.7 Обработка результатов

Массовую долю свободных жирных кислот в жире сухого яичного желтка или яичного порошка (в пересчете на олеиновую кислоту), X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{28{,}25 \cdot C \cdot (V_1 - V_2)}{m} \cdot \frac{100}{F} \ , \qquad (21)$$

где 28,25 – коэффициент пересчета на олеиновую кислоту;

C – молярная концентрация гидроокиси калия в 96 %-ном этиловом спирте (9.5.5), моль/дм^3;

V_1 – объем раствора гидроокиси калия в 96 %-ном этиловом спирте, израсходованный на титрование свободных жирных кислот, см^3;

V_2 – объем раствора гидроокиси калия в 96 %-ном этиловом спирте, израсходованный на титрование 30 см^3 толуола в контрольном опыте (9.5.6), см^3;

m – масса анализируемой пробы, г;

F – массовая доля жира в пробе, измеренная по разделу 4, %.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух определений массовой доли жирных кислот, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух идентичных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r \ , \qquad (22)$$

где X_1 , X_2 – результаты определений массовой доли свободных жирных кислот для двух идентичных проб, %;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (см. таблицу 6).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях (по два параллельных измерения в каждой лаборатории), разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \le CD_{0,95} \ , \qquad (23)$$

где $\bar{X}_1$, $\bar{X}_2$ – среднеарифметические результатов определений массовой доли свободных жирных кислот, полученных в двух разных лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ – критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2$ = 2, % (см. таблицу 6).

9.7 Оформление результатов определений

Вычисления среднеарифметического результатов определений выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

Результат определений представляют в виде

$$\bar{X}_4 \pm \Delta \ , \qquad (24)$$

где $\bar{X}_4$ – среднеарифметическое результатов определений массовой доли свободных жирных кислот для двух параллельных проб, признанных приемлемыми по 9.6, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (см. таблицу 6)

10 Определение посторонних примесей

10.1 Область применения метода

Метод предназначен для качественного определения наличия остатков скорлупы и других твердых посторонних примесей размером более 1 мм в 100 г жидких яичных продуктах и в 100 г восстановленных сухих яичных продуктах.

10.2 Сущность метода состоит в фильтровании через сито с размером диаметра ячеек 1 мм анализируемой пробы, разбавленной водой (сухие яичные продукты предварительно восстанавливают водой) и визуальной оценке наличия или отсутствия остатка на сите.

10.3 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные высокого класса точности и наибольшим пределом взвешиваний 500 г по ГОСТ 24104.

Сито лабораторное из металлической проволочной сетки с размером ячеек 1 мм по [1].

Цилиндр мерный 1-1000 или 2-1000 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-250 ТСХ по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

10.4 Подготовка к проведению определения

10.4.1 Отбор проб и подготовка их к определению – в соответствии с разделом 3.

10.4.2 Восстановление сухих яичных продуктов

Сухие яичные продукты испытывают после восстановления.

В стакан с 74 $см^3$ дистиллированной воды добавляют при постоянном помешивании 26 г яичного порошка небольшими порциями, не допуская образования комков, и перемешивают до образования однородной массы.

Аналогично проводят восстановление сухого яичного белка (к 88 $см^3$ дистиллированной воды добавляют 12,3 г сухого белка) и сухого яичного желтка (к 53 $см^3$ дистиллированной воды добавляют 47,3 г сухого желтка).

10.5 Проведение определения

100 г пробы жидкого или восстановленного сухого яичного продукта переносят в мерный цилиндр, доводят объем дистиллированной водой до 1000 $см^3$, перемешивают до однородной массы и процеживают через сито с размером диаметра ячеек 1 мм. Визуально определяют наличие или отсутствие остатка на сите.

10.6 Оформление результатов определения

При наличии (отсутствии) остатка на сите в протоколе испытаний указывают: «посторонние примеси присутствуют (отсутствуют)».

11 Определение эффективности пастеризации

11.1 Область применения

Настоящий метод предназначен для качественного определения эффективности пастеризации яичного сырья при производстве сухого и жидкого яичного меланжа и сухого и жидкого яичного желтка, эквивалентной нагреву яичного сырья при температуре 63 °С в течение 3 мин, и распространяется на жидкие и сухие яичные продукты (меланж, желток) без добавления сахара, лимонной кислоты или любой соли этой кислоты, а также без добавки других веществ, образующих комплексные соединения с ионами кальция.

Минимальная обнаруживаемая массовая доля непастеризованного продукта в жидком или восстановленном меланже или желтке равна 5 %.

11.2 Сущность метода

Метод основан на использовании фермента альфа-амилазы в качестве индикатора эффективности пастеризации яичного продукта (альфа-амилаза дезактивируется при нагреве до температуры выше 63 °С в течение 3 мин) и на способности альфа-амилазы гидролизовать крахмал. Сущность мето-

да заключается в оценке остаточной активности альфа-амилазы яичного продукта добавлением к пробе продукта крахмала, инкубации полученной смеси при температуре 44 °С и качественном определении изменения содержания крахмала по интенсивности окрашивания комплекса крахмал-йод относительно контрольной пробы, предварительно пастеризованной при 64 °С в течение 13 мин.

11.3 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г.

Спектрофотометр или фотоколориметр с диапазоном измерения длин волн в видимой области спектра 400 - 700 нм с погрешностью не более ± 2,0 нм и диапазоном измерения оптической плотности от 0 до 2,0 с погрешностью не более ± 0,001, снабженный кварцевыми кюветами с толщиной поглощающего слоя 1 см.

Термостаты жидкостные, способные поддерживать температуру (44,0 ± 0,5) °С и (64,0 ± 0,2) °С.

Термометры ртутные с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С и от 50 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (100 ± 2) °С или (160 ± 3) °С.

Пипетки 1-2-1, 1-2-2, 1а-2-5, 1а-2-10 и 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Гомогенизатор или миксер.

Секундомер.

Стаканы Н-1-50 ТХС и Н-1-150 по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-50 и Кн-1-100 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пробирки градуированные со шлифом и стеклянной пробкой П-2-25-14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Воронки В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная медленно фильтрующая «синяя лента» по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные.

Марля медицинская по ГОСТ 9412.

Кислота трихлоруксусная кристаллическая, ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч.

Кислота соляная концентрированная массовой долей не менее 35 % по ГОСТ 3118, ос.ч.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, ч.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Толуол по ГОСТ 5789, ч.д.а.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

11.4 Подготовка к проведению измерений

11.4.1 Подготовка посуды к проведению измерений

Посуда для измерений должна быть чистой и сухой, не допускается наличие каких-либо остатков яичных продуктов, белков и ингредиентов. Для каждой анализируемой пробы используют отдельную посуду. После проведения измерений посуду промывают соляной кислотой, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:10, хромпиком (раствор 9 г двухромовокислого калия в 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты) и ополаскивают дистиллированной водой. Чистую посуду не допускается использовать для других целей, ее хранят отдельно. В процессе подготовки и проведения испытаний следят, чтобы в посуду, реактивы и пробу не попали частицы слюны, содержащей активную альфа-амилазу.

11.4.2 Приготовление раствора крахмала

В стакане вместимостью 50 $см^3$ взвешивают растворимый крахмал в количестве, эквивалентном 0,70 г сухого крахмала. Массу пробы растворимого крахмала, содержащего 0,70 г сухого крахмала, г, вычисляют по формуле

$$M = 0{,}7\frac{100}{100 - W}, \quad (25)$$

где 0,7 – масса сухого крахмала, г;

W – массовая доля влаги в крахмале, измеренная по ГОСТ 10163, %.

В стакан с крахмалом добавляют небольшое количество холодной дистиллированной воды и размешивают стеклянной палочкой до кремообразной массы. Содержимое стакана переносят в другой стакан вместимостью 100 см^3 , содержащий 50 см^3 кипящей воды, и кипятят в течение 1 мин, затем быстро охлаждают до комнатной температуры погружением в холодную воду. Переносят полученный раствор крахмала в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смывая остатки раствора в стакане водой, добавляя их в мерную колбу, добавляют в мерную колбу три капли толуола для консервации раствора и доводят объем водой до метки.

Срок хранения раствора крахмала при комнатной температуре – 14 сут.

11.4.3 Приготовление раствора йодистого калия массовой долей 25,1 %

В конической колбе вместимостью 250 см^3 взвешивают 33,5 г йодистого калия с записью результата взвешивания в граммах до второго знака после запятой, добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

Срок хранения раствора в темном месте в емкости из темного стекла – 6 мес.

11.4.4 Приготовление раствора йодистого калия массовой долей 45,5 %

В стакане вместимостью 150 см^3 взвешивают 60 г йодистого калия с записью результата взвешивания в граммах до второго знака после запятой, добавляют 72 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения йодистого калия.

Срок хранения раствора в темном месте в емкости из темного стекла – 6 мес.

11.4.5 Приготовление основного раствора йода молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 в растворе йодистого калия

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 взвешивают 1,27 г кристаллического йода с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой, растворяют его в растворе йодистого калия массовой долей 45,5 % (11.4.4), доводят объем этим же раствором до 100 см^3 и перемешивают.

Срок хранения основного раствора йода в посуде из темного стекла в темном месте – 4 мес.

11.4.6 Приготовление рабочего раствора йода молярной концентрацией 0,5·10^{-3} моль/дм^3

Рабочий раствор готовят непосредственно перед проведением определения. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1 см^3 раствора йодистого калия массовой долей 25,1 % (11.4.3) и 1 см^3 основного раствора йода (11.4.5), доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

11.4.7 Приготовление раствора трихлоруксусной кислоты массовой концентрацией 150 г/дм^3

15 г кристаллической трихлоруксусной кислоты растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят объем до 100 см^3 дистиллированной водой.

Срок хранения раствора трихлоруксусной кислоты – 1 год.

11.4.8 Подготовка пробы

Отбор и подготовка проб к определению - в соответствии с разделом 3.

Сухой яичный желток и яичный порошок перед определением восстанавливают по 10.4.2. Жидкие и восстановленные сухие яичные продукты фильтруют через двойной слой марли для отделения пленок, мембран и посторонних материалов. Подготовленную пробу делят на четыре идентичные пробы – по две пробы для определения с предварительной пастеризацией (контроль) и без пастеризации.

11.4.9 Приготовление контрольной пастеризованной пробы яичного продукта

В пробирку вместимостью 25 см^3 наливают 20 см^3 жидкого или восстановленного яичного продукта, закрывают стеклянной пробкой и помещают в жидкостной термостат, предварительно нагретый до (64,0 ± 0,2) °С, погружая пробирку в термостат так, чтобы уровень жидкости в термостате был выше уровня яичного продукта в пробирке не менее чем на 1 см. Выдерживают при температуре (64,0 ± 0,2) °С в течение (13,0 ± 0,5) мин и быстро охлаждают до комнатной температуры проточной холодной водой.

11.4.10 Инкубация пробы с крахмалом при 44 °С

В конической колбе вместимостью 100 см^3 взвешивают 15 г жидкого или восстановленного яичного продукта с записью результата взвешивания в граммах до второго знака после запятой. Добавляют 2 см^3 раствора крахмала (11.4.2) и тщательно перемешивают встряхиванием колбы. Для получения более точного результата определения пробу с яичным продуктом и крахмалом необходимо тщательно перемешивать до, в процессе и после инкубации. Параллельно в другой колбе готовят таким же способом смесь крахмала с контрольной пастеризованной пробой (11.4.9).

Колбы закрывают стеклянными пробками, помещают в жидкостной термостат, предварительно нагретый до температуры (44 ± 0,5) °С, и инкубируют при этой температуре в течение (30,0 ± 0,5) мин, встряхивая через каждые 5 мин. Вынимают из термостата, встряхивают и как можно быстрее переносят с помощью пипетки 5 см^3 инкубированной смеси в коническую колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 5 см^3 раствора трихлоруксусной кислоты (11.4.7), встряхивают, тщательно перемешивают, добавляют 15 см^3 дистиллированной воды и еще раз встряхивают и хорошо перемешивают.

Содержимое колб фильтруют через складчатый бумажный фильтр в стаканы вместимостью 50 см^3, отбрасывая первую порцию фильтрата (примерно 0,5 см^3). Фильтраты должны быть прозрачными, в противном случае фильтруют еще раз через более плотную фильтровальную бумагу.

11.5 Проведение измерений

Чистыми пипетками переносят 10 см^3 прозрачного фильтрата инкубированной пробы и 10 см^3 прозрачного фильтрата контрольной инкубированной пробы в отдельные конические колбы вместимостью 50 см^3, добавляют в каждую колбу по 2 см^3 рабочего раствора йода (11.4.6), перемешивают и наблюдают появляющуюся окраску. Не менее чем через 3 мин измеряют оптическую плотность растворов относительно дистиллированной воды при длине волны 550 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 1 см. Для каждой пробы (анализируемой и контрольной) проводят два параллельных измерения. Если значения оптических плотностей, полученные при измерениях двух повторных проб, отличаются более чем на 0,1, то измерения повторяют на новых пробах. Для каждой пробы рассчитывают среднеарифметическое оптической плотности.

11.6 Обработка и оформление результатов

Раствор контрольной пастеризованной пробы и раствор анализируемой пробы эффективно пастеризованного яичного продукта после добавления йода должны приобретать отчетливую синевато-фиолетовую окраску. Раствор анализируемой пробы непастеризованного яичного продукта приобретает желтую окраску без следов синего и фиолетового окрашивания.-

Яичный продукт рассматривается как эффективно пастеризованный, если выполнены одновременно следующие условия:

- растворы для анализируемых и контрольных проб имеют отчетливый сине-фиолетовый цвет;
- среднее значение оптической плотности раствора анализируемой пробы при длине волны 550 нм превышает 0,5;
- разность средних значений оптических плотностей растворов, полученных из анализируемой и контрольной проб, не превышает 0,1.

При выполнении указанных выше требований в протоколе испытаний указывают: «тест на альфа-амилазу отрицательный» (в процессе производства яичный продукт подвергался пастеризации, эквивалентной нагреву при температуре не менее 63 °С в течение 3 мин или более).

В других случаях в протоколе испытаний указывают: «тест на альфа-амилазу положительный».

12 Определение массовой доли хлористого натрия методом Мора

12.1 Область применения метода

Метод предназначен для определения массовой доли хлористого натрия в сухих и жидких яичных продуктах, в яичных полуфабрикатах и кулинарных изделиях.

12.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 7.

Таблица 7 В процентах

Диапазон измерения массовой доли хлористого натрия	Границы абсолютной погрешности, ± Δ	Предел повторяемости (n = 2) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
От 1,0 до 5,0 включ.	0,4	0,3	0,6
Св. 5,0 до 10,0 включ.	0,6	0,4	0,9
Св. 10,0 до 25,0 включ.	0,9	0,6	1,2

12.3 Сущность метода заключается в сухой минерализации пробы с добавлением углекислого натрия для предотвращения потерь хлоридов и титровании хлорид-ионов, содержащихся в нейтральном водном растворе минерализата, раствором азотнокислого серебра в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора.

12.4 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г.

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры (500 ± 20) °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающая поддержание температуры (145 ± 5) °С.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Цилиндр мерный 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 2-200-2, 2-250-2, 2-1000 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1-100 и Кн-1-250 по ГОСТ 25336.

Стакан из кварцевого стекла ВН-200 по ГОСТ 19908.

Стакан Н-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-1-1, 1-2-10, 1-2-20 и 1-2-50 по ГОСТ 29169.

Пипетка градуированная 1-1-1-5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1-1-100 по ГОСТ 1770.

Бюретка по ГОСТ 29252.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Часовое стекло.

Спирт этиловый ректификованный 96 %-ный по ГОСТ 18300.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора хлористого натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3.

Кислота азотная концентрированная плотностью 1,39-1,42 г/см^3 по ГОСТ 4461, х.ч.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х.ч.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенолфталеин, ч.д.а., и раствор в этиловом 95 %-ном спирте массовой концентрацией 10 г/дм^3 .

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

12.5 Подготовка к проведению измерений

12.5.1 Отбор проб и подготовку их к определению – в соответствии с разделом 3.

12.5.2 Стандартный раствор хлорида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 готовят из стандарт-титра.

12.5.3 Приготовление раствора хромовокислого калия массовой концентрацией 100 г/дм^3

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 взвешивают 10 г хромовокислого калия с записью результата в граммах до первого знака после запятой, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора хромовокислого калия в плотно закрытой стеклянной посуде – 9 мес.

12.5.4 Приготовление раствора азотнокислого серебра молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3

Раствор азотнокислого серебра молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.3.

Срок хранения раствора азотнокислого серебра в плотно закрытой стеклянной посуде из темного стекла в защищенном от света месте – 6 мес.

Перед определением или не реже одного раза в день при выполнении серии определений проверяют концентрацию азотнокислого серебра: в коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 (12.5.2), 3—4 капли раствора хромовокислого калия (12.5.3) и титруют раствором азотнокислого серебра до появления красно-коричневого окрашивания. Коэффициент K поправки к молярной концентрации азотнокислого серебра вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{V}, \quad (26)$$

где V – объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование 10 см^3 раствора хлорида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3, см^3.

12.5.5 Приготовление разбавленной азотной кислоты в соотношении 1:3

Смешивают один объем азотной кислоты плотностью 1,39 - 1,42 г/см^3 с тремя объемами дистиллированной воды.

Срок хранения разбавленной азотной кислоты в плотно закрытой стеклянной емкости – 1 год.

12.5.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой концентрацией 100 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают примерно 800 см^3 дистиллированной воды, добавляют 100 г гидроокиси натрия, взвешенного с записью результата в граммах до первого знака после запятой, перемешивают до полного растворения гидроокиси натрия, охлаждают до комнатной температуры и доводят объем дистиллированной водой до 1000 см^3.

Срок хранения раствора гидроокиси натрия в плотно закрытой емкости из полиэтилена – 6 мес. При появлении осадка готовят раствор заново.

12.5.7 Приготовление раствора углекислого натрия массовой долей 10 %

100 г углекислого натрия растворяют в 900 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора углекислого натрия в плотно закрытой емкости из полиэтилена – 4 мес.

12.5.8 Минерализация пробы

Пробу яичного продукта массой примерно 10 г (массовая доля хлорида натрия от 1 % до 5 %), 4 г (массовая доля хлорида натрия от 5 % до 15 %) или 2 г (массовая доля хлорида натрия от 15 % до 25 %) взвешивают в кварцевом стакане вместимостью 200 см^3 с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой, добавляют 20 см^3 раствора углекислого натрия массовой долей 10 %, перемешивают стеклянной палочкой, промывают стеклянную палочку примерно 10 см^3 горячей дистиллированной воды и добавляют эту воду в кварцевый стакан. Кварцевый стакан с пробой помещают на электроплитку и высушивают пробу досуха. В горячем состоянии кварцевый стакан с высушенной пробой помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (500 ± 20) °С, выдерживают при этой температуре в течение 1 ч и охлаждают до комнатной температуры.

12.5.9 Подготовка раствора минерализата

В кварцевый стакан с минерализатом пробы добавляют несколько капель дистиллированной воды, разрыхляют минерализат стеклянной палочкой, добавляют еще примерно 50 см^3 дистиллированной воды, закрывают стакан часовым стеклом и, приоткрыв стекло, медленно добавляют 20 см^3 разбавленной азотной кислоты по 12.5.5. Содержимое кварцевого стакана тщательно перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Остаток в стакане, стеклянную палочку, часовое стекло и фильтр промывают примерно 50 см^3 дистиллированной воды и добавляют в мерную колбу. Доводят объем раствора минерализата в мерной колбе до 250 см^3 дистиллированной водой и перемешивают.

12.5.10 Определение объема раствора гидроокиси натрия, необходимого для нейтрализации раствора минерализата

Аликвоту приготовленного раствора минерализата объемом 50 см^3 с помощью пипетки переносят в чистую коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют несколько капель раствора фенолфталеина в 96 %-ном этиловом спирте концентрацией 100 г/дм^3, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия массовой концентрацией 100 г/дм^3 и отмечают объем раствора гидроокиси натрия, использованный для нейтрализации.

12.6 Проведение измерения

Аликвоту раствора минерализата по 12.5.9 объемом 50 см^3 с помощью пипетки переносят в чистую коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют для нейтрализации установленный по 12.5.10 объем раствора гидроокиси натрия концентрацией 100 г/дм^3 , 3 см^3 раствора хромовокислого калия массовой концентрацией 100 г/дм^3 по 12.5.3, перемешивают и титруют раствором азотнокислого серебра молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 по 12.5.4 до появления кирпично-красного окрашивания.

Параллельно проводят определение контрольной пробы, используя вместо яичного продукта 5 см^3 дистиллированной воды.

12.7 Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия в яичном продукте, X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = 100 \cdot \frac{58,44 \cdot 0,1 \cdot K \cdot (V_1 - V_2) \cdot 250}{m \cdot 50 \cdot 1000} , \quad (27)$$

где 58,44 – молекулярная масса хлористого натрия, г;

0,1 – молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, использованного для титрования раствора минерализата пробы, моль/дм^3;

K – коэффициент поправки к молярной концентрации азотнокислого серебра (12.5.4);

V_1 – объем раствора азотнокислого серебра концентрацией 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование хлорид-ионов, содержащихся в 50 см^3 раствора минерализата анализируемой пробы, см^3;

V_2 – объем раствора азотнокислого серебра концентрацией 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование 50 см^3 раствора минерализата контрольной пробы, см^3;

m – масса анализируемой пробы, г;

250 – общий объем раствора минерализата анализируемой (контрольной) пробы, см^3;

50 – объем раствора минерализата анализируемой (контрольной) пробы, взятый для титрования раствором азотнокислого серебра, см^3;

1000 – коэффициент пересчета из дм^3 в см^3.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух определений массовой доли хлористого натрия, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух идентичных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r , \quad (28)$$

где X_1 , X_2 – результаты определений массовой доли хлористого натрия для двух параллельных проб, %;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (см. таблицу 6).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях (по два параллельных измерения в каждой лаборатории), разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \le CD_{0,95} , \quad (29)$$

где $\bar{X}_1$, $\bar{X}_2$ – среднеарифметические результатов определений массовой доли хлористого натрия, полученных в двух разных лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ – критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2$ = 2, % (см. таблицу 7).

12.8 Оформление результатов определений

Вычисления среднеарифметического результатов определений выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

Результат измерений представляют в виде

$$\bar{X}_5 \pm \Delta \ , \qquad (30)$$

где $\bar{X}_5$ – среднеарифметическое результатов определений массовой доли хлористого натрия для двух идентичных проб, признанных приемлемыми по 12.6, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (см. таблицу 7).

13 Определение массовой доли сахара и массовой доли общих углеводов

13.1 Область применения метода

Метод предназначен для определения массовой доли сахара (сахарозы) в сухих и жидких яичных продуктах, не содержащих лактозу и углеводы растительного происхождения, а также для определения массовой доли общих углеводов в пересчете на глюкозу.

13.2 Метрологические характеристики метода определения массовой доли сахара и массовой доли общих углеводов в пересчете на глюкозу при P = 0,95 приведены в таблице 8.

Таблица 8 В процентах

Диапазон измерения массовой доли сахара и массовой доли общих углеводов в пересчете на глюкозу	Границы абсолютной погрешности, $\pm \Delta$	Предел повторяемости (n = 2) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
От 2 до 10 включ.	0,7	0,5	0,9
Св. 10 до 20 включ.	1,1	0,7	1,5
Св. 20	1,4	0,9	1,8

13.3 Сущность метода

Метод основан на способности редуцирующих веществ, образующихся при кислотном гидролизе углеводов, восстанавливать в щелочной среде феррицианид (железосинеродистый калий) в ферроцианид (железистосинеродистый калий). Редуцирующие вещества определяют титрованием стандартным раствором инвертированного сахара избытка феррицианида, остающегося после его реакции с редуцирующими веществами. Массовую долю сахара определяют как разность результатов измерений редуцирующих веществ до и после кислотного гидролиза пробы. Массовую долю общих углеводов определяют пересчетом на глюкозу результата определения редуцирующих веществ после кислотного гидролиза пробы.

13.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г.

Секундомер.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры (60 ± 1) °С и (70 ± 2) °С.

Электрическая плитка по ГОСТ 14919.

Стакан Н-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-1-1, 1-2-10, 1-2-20, 1-2-25 и 1-2-50 по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-1-1-10-0,02 или 1-2-1-10-0,02 по ГОСТ 29252 с устройством для заливки.

Колбы Кн-1-250-29/32, Кн-1-500-29/32 и Кн-1-100-29/32 по ГОСТ 25336.

Воронки В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Колбы мерные 2-100-1, 2-200-1 и 2-250-1 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-100-2 и 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Капельница 3-7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Емкость из кварца с притертой кварцевой пробкой для хранения перегнанной концентрированной соляной кислоты.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Сахароза по ГОСТ 5833, х.ч.

Калий железосинеродистый (феррицианид, гексацианоферрат(III) калия) по ГОСТ 4206, х.ч.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., или водный раствор массовой долей 5 %.
Кальций углекислый по ГОСТ 4530, ч.
Калий хлористый по ГОСТ 4234, ч.
Кислота фосфорно-вольфрамовая 7-водная, ч.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., плотность 1,17 - 1,19 кг/дм^3.
Метиленовый голубой, ч.д.а., водный раствор массовой долей 1 %.
Метиловый оранжевый индикатор, водный раствор массовой долей 1 %.
Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

13.5 Подготовка к проведению определения

13.5.1 Приготовление перегнанной соляной кислоты массовой долей 20,2 % (азеотропная смесь)

Перегонку и получение азеотропной смеси соляной кислоты проводят по ГОСТ 4517.
Срок хранения перегнанной соляной кислоты в кварцевой посуде с притертой пробкой – 6 мес.
13.5.2 Водные растворы гидроокиси натрия массовой долей 10 % и 1 % готовят по ГОСТ 4517.
Срок хранения водных растворов в плотно укупоренной емкости из полиэтиле- на – 4 мес.

13.5.3 Приготовление раствора хлористого натрия массовой долей 5 %

К 25 г хлористого натрия, взвешенного с записью результата в граммах до первого знака после запятой, добавляют 450 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения.
Срок хранения раствора хлористого натрия – 1 год.

13.5.4 Приготовление растворов индикаторов

Раствор метилового оранжевого массовой долей 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1.
Раствор метиленового голубого массовой долей 1 %: 1 г метиленового голубого, взвешенного с записью результата в граммах до второго знака после запятой, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в дистиллированной воде и доводят объем до 100 см^3.
Срок хранения растворов индикаторов в посуде из темного стекла в защищенном от света месте – 6 мес. При появлении нерастворимого осадка готовят свежий раствор.

13.5.5 Приготовление раствора железосинеродистого калия массовой концентрацией 10 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают 2,5 г железосинеродистого калия, взвешенного с записью результата в граммах до третьего знака после запятой, добавляют примерно 100 см^3 дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения железосинеродистого калия и доводят объем до 250 см^3 дистиллированной водой. Раствор готов к использованию на следующий день после приготовления.
Срок хранения раствора в склянке из темного стекла в течение – 2 мес.
13.5.6 Водный раствор соляной кислоты массовой долей 10 % готовят из перегнанной соляной кислоты (13.5.1) по ГОСТ 4517.

13.5.7 Приготовление раствора инвертированного сахара массовой концентрации 2 г/дм^3 в пересчете на сахарозу

Приготовление инвертированного сахара: в мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают навеску сахарозы массой 0,4 г, взвешенной с записью результата в граммах до третьего знака после запятой, добавляют дистиллированную воду примерно до 1/3 объема мерной колбы, 5 см^3 перегнанной концентрированной соляной кислоты (13.5.1) и перемешивают до растворения сахарозы. Мерную колбу с раствором сахарозы помещают на водяную баню, нагретую до (70 ± 2) ?С, и нагревают при этой температуре в течение 5 мин. Затем колбу с раствором инвертированного сахара охлаждают до комнатной температуры, добавляют 1 – 2 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют сначала раствором гидроокиси натрия массовой долей 10 %, а затем раствором гидроокиси натрия массовой долей 1 %, доводят объем дистиллированной водой до 200 см^3.
Раствор инвертированного сахара готовят в день проведения определений.

13.5.8 Определение объема раствора инвертированного сахара массовой концентрации 2 г/дм^3, необходимого для восстановления железосинеродистого калия, содержащегося в 20 см^3 раствора железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3

13.5.8.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3 с помощью пипетки вносят 20 см^3 раствора железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3, 5 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 10 % и 10 см^3 раствора инвертированного сахара массовой концентрации 2 г/дм^3.

13.5.8.2 Колбу с полученным раствором устанавливают на электрическую плитку, покрытую асбестовой сеткой. Через 1 мин кипячения (время с момента начала кипения) в кипящий раствор добавляют 1 – 2 капли раствора метиленового голубого и титруют избыток феррицианида раствором инвертированного сахара массовой концентрацией 2 г/дм^3. В конце точки титрования раствор инвертированного сахара добавляют по каплям с интервалом примерно 3 секунды до полного исчезновения синей окраски. Отмечают общий объем раствора инвертированного сахара *V*, равный сумме объемов раствора инвертированного сахара, внесенного в колбу до кипячения, и раствора инвертированного сахара, израсходованного на титрование.

13.5.9 Подготовка пробы

13.5.9.1 Отбор и подготовка проб для определения – в соответствии с разделом 3.

13.5.9.2 Готовят две параллельные пробы, в каждой из которых проводят по одному определению массовой доли редуцирующих веществ до и после кислотного гидролиза углеводов.

13.5.9.3 Подготовка пробы жидкого яичного продукта

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 вносят 1 г безводного углекислого кальция, 50 см^3 раствора хлористого натрия массовой долей 5 % и примерно 25 г жидкого яичного продукта (3.3), взвешенного с записью результата в граммах до третьего знака после запятой. Затем при постоянном перемешивании добавляют 130 см^3 этилового спирта, оставляют на несколько минут до исчезновения пузырьков газа, охлаждают до комнатной температуры, доводят объем дистиллированной водой до 250 см^3 и перемешивают. Содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр, переносят 150 см^3 фильтрата в стакан вместимостью 250 см^3, выпаривают на водяной бане до объема до 20 - 30 см^3 для удаления спирта и охлаждают до комнатной температуры. Содержимое стакана с помощью дистиллированной воды количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводя объем жидкости в мерной колбе до 80 - 90 см^3. В мерную колбу с полученным раствором небольшими порциями добавляют сухую фосфорновольфрамовую кислоту с небольшим избытком для осаждения белков, перемешивают и оставляют на несколько минут до исчезновения пузырьков газа. Объем доводят дистиллированной водой до 100 см^3, перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр. К фильтрату очень небольшими порциями добавляют сухой хлористый калий до полного осаждения остаточного количества фосфорновольфрамовой кислоты и, при необходимости (мутный раствор), фильтруют через бумажный фильтр, и проверяют на полноту осаждения фосфорновольфрамовой кислоты. Полученный раствор используют для определения редуцирующих веществ в пробе или для проведения инверсии сахаров.

13.5.9.4 Подготовка проб сухого яичного продукта

Помещают 2,5 г сухого яичного белка, 10 г сухого яичного желтка или яичного порошка, взвешенных с записью результата в граммах до третьего знака после запятой, в мерную колбу вместимостью 250 см^3, содержащую 1 г безводного углекислого кальция и 50 см^3 5%-ного раствора хлористого натрия, и оставляют на 1 ч, перемешивая через каждые 5 мин. Добавляют при постоянном перемешивании 130 см^3 этилового спирта и далее – по 13.5.8.2.

13.5.9.5 Проведение кислотного гидролиза (инверсии) углеводов

Из подготовленного по 13.5.9.3 или 13.5.9.4 фильтрата раствора пробы отбирают с помощью пипетки аликвоту объемом 50 см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют 20 см^3 дистиллированной воды. Постоянно вращая колбу, добавляют осторожно по каплям 10 см^3 перегнанной соляной кислоты (13.5.1). Колбу помещают в предварительно нагретую до (60 ± 1) °С водяную баню, постоянно перемешивают содержимое колбы в течение 3 мин, выдерживают на водяной бане при температуре (60 ± 1) °С еще в течение (7,0 ± 0,1) мин и затем сразу охлаждают в воде до температуры (20 ± 1) °С. К полученному раствору добавляют одну каплю раствора метилового оранжевого массовой долей 1 % и нейтрализуют сначала раствором гидроокиси натрия массовой долей 10 %, а затем раствором гидроокиси натрия массовой долей 1 %. После нейтрализации доводят объем дистиллированной водой до 100 см^3.

13.5.9.6 Допускается проводить инверсию альтернативным способом при комнатной температуре. Из подготовленного по 13.5.9.3 или 13.5.9.4 фильтрата пробы отбирают с помощью пипетки аликвоту объемом 50 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют 20 см^3 дистиллированной воды. Постоянно вращая колбу, добавляют осторожно, по каплям 10 см^3 перегнанной соляной кислоты (13.5.1). Колбу с содержимым выдерживают при комнатной температуре в течение 24 ч, если температура окружающей среды выше (20 – 28) °С, или в течение 10 ч, если температура окружающей среды выше 28 °С, затем охлаждают до температуры 20 °С, нейтрализуют по 13.5.9.5 и доводят объем дистиллированной водой до 100 см^3.

13.6 Проведение измерений

13.6.1 Измерение массовой доли редуцирующих веществ в пробе

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 с помощью пипетки вносят 10 - 15 см^3 раствора пробы, приготовленного по 13.5.9.3 или 13.5.9.4 , 20 см^3 раствора железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3 и 5 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 10 %. Далее – по 13.5.8.2. Отмечают объем раствора инвертированного сахара V_1, израсходованного на титрование феррицианида.

13.6.2 Измерение массовой доли редуцирующих веществ после кислотного гидролиза пробы

В коническую колбу вместимостью 500 см^3 с помощью пипетки вносят 10 см^3 раствора гидролизата пробы, приготовленного по 13.5.9.5, 20 см^3 раствора железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3 и 5 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 10%. Далее – по 13.5.8.2. Отмечают объем раствора инвертированного сахара V_3, израсходованного на титрование феррицианида.

При большой массовой доле сахара в яичном продукте использование 10 см^3 раствора гидролизата анализируемой пробы может привести к исчезновению синего окрашивания раствора уже до титрования раствором инвертированного сахара. В этом случае необходимо повторить измерение с уменьшенным объемом раствора гидролизата пробы. Рекомендуется подобрать такой объем раствора гидролизата пробы, чтобы на титрование избытка феррицианида расходовалось 5 - 8 см^3 раствора инвертированного сахара.

13.7 Обработка результатов определений

13.7.1 Массовую долю редуцирующих веществ в пробе (13.6.1) в пересчете на сахарозу, X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = 100 \cdot \frac{250 \cdot 100 \cdot 2}{1000 \cdot 150} \cdot \frac{V - V_1}{V_2 \cdot m} , \qquad (31)$$

где 250 – объем раствора анализируемой пробы после добавления этилового спирта и разбавления дистиллированной водой, см^3;

100 – объем раствора анализируемой пробы после выпаривания, добавления фосфорновольфрамовой кислоты и дистиллированной воды, см^3.

2 – массовая концентрация раствора инвертированного сахара в пересчете на сахарозу, используемого для титрования избытка феррицианида, г/дм^3;

V – объем раствора инвертированного сахара массовой концентрацией 2 г/дм^3, использованного для восстановления феррицианида, содержащегося в 20 см^3 раствора железосинеродистого калия массовой концентрации 10 г/дм^3, см^3 (13.5.8);

V_1 – объем раствора инвертированного сахара массовой концентрацией 2 г/дм^3, использованного для титрования избыточного количества железосинеродистого калия после его взаимодействия с редуцирующими веществами анализируемой пробы, см^3 ;

1000 – коэффициент перевода из дм^3 в см^3;

150 – объем фильтрата раствора анализируемой пробы, взятый для выпаривания этилового спирта, см^3 ;

V_2 – объем отфильтрованного после осаждения белков раствора анализируемой пробы, взятый для проведения измерения , см^3;

m – масса анализируемой пробы.

Результат округляют до второго знака после запятой.

13.7.2 Массовую долю редуцирующих веществ в гидролизате пробы (13.6.2) в пересчете на сахарозу, X_7, %, вычисляют по формуле

$$X_7 = 100 \cdot \frac{250 \cdot 100 \cdot 2 \cdot 100}{1000 \cdot 150 \cdot 50} \cdot \frac{V - V_3}{V_4 \cdot m}, \quad (32)$$

где 250 – объем раствора анализируемой пробы после добавления этилового спирта и разбавления дистиллированной водой, см^3;

100 – объем раствора анализируемой пробы после выпаривания, добавления фосфорновольфрамовой кислоты и дистиллированной воды, см^3;

2 – массовая концентрация раствора инвертированного сахара в пересчете на сахарозу, используемого для титрования избытка феррицианида, г/дм^3;

100 – конечный объем гидролизата анализируемой пробы, см^3;

V – объем раствора инвертированного сахара массовой концентрацией 2 г/дм^3, использованного для восстановления феррицианида, содержащегося в 20 см^3 раствора железосинеродистого калия массовой концентрацией 10 г/дм^3, см^3 (13.5.8);

V_3 – объем раствора инвертированного сахара массовой концентрацией 2 г/дм^3, использованного для титрования избыточного количества феррицианида после его взаимодействия с редуцирующими веществами гидролизата анализируемой пробы, см^3 ;

1000 – коэффициент перевода из дм^3 в см^3;

150 – объем фильтрата раствора пробы, взятый для выпаривания этилового спирта, см^3;

50 – объем раствора анализируемой пробы, взятый для проведения кислотного гидролиза, см^3.

V_4 – объем раствора гидролизата анализируемой пробы, взятый для проведения измерения, см^3;

m – масса анализируемой пробы.

Результат округляют до второго знака после запятой.

13.7.3 Массовую долю сахара, X_8, %, вычисляют по формуле

$$X_8 = X_7 - X_6,$$

где X_7 – массовая доля редуцирующих веществ в пересчете на сахарозу, измеренная после кислотного гидролиза пробы (13.7.2), %;

X_6 –массовая доля редуцирующих веществ в пересчете на сахарозу, измеренная до кислотного гидролиза пробы (13.7.1), %.

Массовую долю общих углеводов в пересчете на глюкозу, X_9, %, вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{X_7}{0{,}95}, \quad (33)$$

где X_7 – массовая доля редуцирующих веществ в пересчете на сахарозу, измеренная после кислотного гидролиза пробы по 13.7.2, %;

0,95 – коэффициент пересчета с глюкозы на сахарозу.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений X_8 (или X_9), выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух идентичных проб (13.5.9.2), если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (34)$$

где X_1 , X_2 – результаты определений массовой доли сахара (или углеводов) для двух параллельных проб, %;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (см. таблицу 8).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях (по два параллельных измерения в каждой лаборатории), разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \le CD_{0,95}, \quad (35)$$

где $\overline{X_1}$, $\overline{X_2}$ – среднеарифметические результатов определений массовой доли сахара (или углеводов), полученных в двух разных лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ –критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2 = 2$, % (см. таблицу 8).

13.7 Оформление результатов определений

Вычисления среднеарифметического результатов определений выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

Результат определений представляют в виде

$$\overline{X_8} \pm \Delta \text{ или } \overline{X_9} \pm \Delta, \quad (36)$$

где $\overline{X}_8$ и $\overline{X}_9$ – соответственно среднеарифметические результатов определений массовой доли сахара и общих углеводов для двух идентичных проб (13.5.9.2), признанных приемлемыми по 13.7.3, %;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (см. таблицу 8).

14 Определение концентрации водородных ионов (pH)

14.1 Область применения метода

Метод предназначен для определения концентрации водородных ионов в жидких и концентрированных яичных продуктах и в восстановленном сухом яичном белке при проведении текущего контроля и при возникновении разногласий.

14.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95:

Диапазон определяемых значений pH от 4,5 до 9,5.

Границы абсолютной погрешности Δ = ± 0,15 pH.

Предел повторяемости r = 0,10 pH.

Критическая разность$(n_1 = n_2 = 2)$ $CD_{0,95}$ = 0,19 pH.

14.3 Сущность метода

Сущность метода заключается в приготовлении водных растворов яичных продуктов с последующим потенциометрическим измерением pH.

14.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

Аппарат для встряхивания жидкости в колбах вместимостью 500 $см^3$, обеспечивающий частоту от 60 до 100 колебаний в мин.

pH-метр с диапазоном измерения pH от 3 до 11 и пределом допускаемой погрешности измерения не более ± 0,05 pH.

Электрод стеклянный лабораторный для измерения pH растворов ЭСЛ-63-07 и вспомогательный лабораторный хлорсеребряный электрод ЭВЛ-1М3.1.

Часы.

Стаканчики для взвешивания СН-45/13 или СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-50, Н-1-500 ТХС по ГОСТ 25336.

Термометр ртутный с диапазоном измерения температур от 0 °С до 50 °С, с ценой деления 0,2 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные 2-200-2 или 1-200-1 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1-250 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-2-10 и 1-2-25 ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные 1-2-1. 1-2-2 и 1-2-5 по ГОСТ 29228.

Воронки стеклянные В-25-38-ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-1-100 по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные.

Фарфоровая ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

Часовое стекло.

Марля медицинская.

Калий хлористый по ГОСТ 4233, ос.ч., насыщенный водный раствор.

Стандарт-титры для приготовления стандартных буферных растворов – рабочих эталонов pH 2-го разряда с номинальными значениями pH 4,01, 6,86 и 10,00 по ГОСТ 8.135.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

14.5 Подготовка к проведению измерений

Отбор проб и подготовку их к испытанию проводят в соответствии с разделом 3.

Измерения проводят при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С.

14.5.1 Приготовление жидких яичных продуктов

Жидкий яичный продукт (желток, белок или меланж) тщательно перемешивают и фильтруют через двойной слой марли. В стакане вместимостью 500 см^3 взвешивают отфильтрованную пробу с записью результата взвешивания в граммах до второго знака после запятой: 8,8 г жидкого меланжа, 4,8 г жидкого желтка или 18,0 г жидкого белка, добавляют 200 см^3 дистиллированной воды температурой (20 ± 2) °С, отмеренной с помощью мерной колбы вместимостью 200 см^3, перемешивают стеклянной палочкой до однородной массы, не допуская вспенивания, и выдерживают при комнатной температуре примерно 15 мин.

14.5.2 Приготовление сухого яичного белка

В стаканчике взвешивают 2,4 г сухого яичного белка с записью результата в граммах до второго знака после запятой. Содержимое стаканчика переносят в фарфоровую ступку, добавляют 5 см^3 дистиллированной воды температурой 18 °С – 20 °С и растирают пестиком в течение 4 - 6 мин. Пробу из ступки и остатки пробы из стаканчика с помощью промывания дистиллированной водой переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 так, чтобы мерная колба была заполнена наполовину. Мерную колбу с пробой устанавливают на аппарат для встряхивания жидкостей, встряхивают в течение 29—31 мин с частотой 60—100 колебаний в мин и доводят дистиллированной водой объем в мерной колбе до 200 см^3. Содержимое мерной колбы перемешивают осторожным переворачиванием колбы 10—15 раз и оставляют на 15 мин при комнатной температуре. Перед измерением содержимое колбы выливают в стакан и перемешивают стеклянной палочкой.

14.5.3 Подготовка стандартных буферных растворов

Стандартные буферные растворы – рабочие эталоны pH 2-го разряда с номинальными значениями pH 4,01, 6,86 и 10,00 готовят из стандарт-титров по ГОСТ 8.135. Для приготовления буферных растворов используют свежепрокипяченую дистиллированную воду, доведенную до температуры (20 ± 2) °С. Буферные растворы хранят в соответствии с ГОСТ 8.135.

14.5.4 Подготовка pH-метра и электродов

Подготовку измерительного и вспомогательного электродов, настройку и градуировку pH-метра по стандартным буферным растворам проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации pH-метра.

14.6 Проведение измерений

Измерение концентрации водородных ионов (pH) проводят сразу после приготовления по 14.5.1 или 14.5.2 разбавленной пробы яичного продукта.

15 – 25 см^3 разбавленного яичного продукта помещают с стакан вместимостью 50 см^3, погружают в раствор электроды и через 5 - 10 мин снимают показания по шкале pH-метра. В процессе измерения температура раствора должна быть от 19,5 °С до 20,5 °С (при необходимости стакан с раствором пробы выдерживают предварительно в холодной или теплой воде до достижения необходимой температуры). Измерение pH для каждой разбавленной пробы яичного продукта повторяют два раза, каждый раз вынимая и вновь погружая электроды в раствор, и вычисляют среднее значение. Перед измерением и после каждого измерения электроды тщательно промывают дистиллированной водой, удаляя капли воды фильтровальной бумагой.

Проводят два параллельных измерения pH для двух идентичных проб, приготовленных по 14.5.1 или 14.5.2.

14.7 Обработка результатов измерений

За окончательный результат измерения концентрации водородных ионов, X_{10}, pH, принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух идентичных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r \ , \qquad (37)$$

где X_1 , X_2 – результаты измерений концентрации водородных ионов для двух параллельных проб, pH;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (14.1).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях (по два параллельных измерения в каждой лаборатории), разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \le CD_{0,95} \ , \qquad (38)$$

где $\overline{X_1}$, $\overline{X_2}$ – среднеарифметические результатов измерений концентрации водородных ионов, полученных в двух разных лабораториях, pH;

$CD_{0,95}$ – критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2 = 2$, % (14.1).

14.8 Оформление результатов измерений

Вычисления среднеарифметического результатов определений выполняют с точностью до второго десятичного знака.

Результат измерений представляют в виде

$$\overline{X}_{10} \pm \Delta \ , \qquad (39)$$

где $\overline{X}_{10}$ – среднеарифметическое результатов определений концентрации водородных ионов для двух идентичных проб, признанных приемлемыми по 14.7, pH;

$\pm\Delta$ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (14.1).

15 Определение растворимости сухих яичных продуктов гравиметрическим методом

15.1 Область применения метода

Метод предназначен для определения растворимости в воде (в пересчете на сухое вещество) яичного порошка, сухого яичного желтка и сухого яичного белка, не содержащих добавленные сахар и/или соль.

15.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 9.

Таблица 9 — В процентах

Диапазон измерения растворимости в пересчете на сухое вещество	Границы абсолютной погрешности, $\pm\Delta$	Предел повторяемости (n = 2) r	Критическая разность ($n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
Яичный порошок			
От 60 до 78 включ.	4,9	3,2	6,5
Св. 78 » 100 »	3,2	2,2	4,2
Сухой яичный желток			
От 15 до 30 включ.	5,5	3,5	7,1
Св. 30 » 60 »	4,0	2,6	5,2
Сухой яичный белок			
От 70 до 85 включ.	3,0	2,1	4,0
Св. 85 » 100 »	2,4	1,5	3,2

15.3 Сущность метода заключается в восстановлении сухого яичного продукта водой, осаждении нерастворившегося продукта центрифугированием и определении массовой доли растворившегося продукта путем измерения массы сухого остатка после высушивания аликвоты надосадочной жидкости центрифугата. Результат определений пересчитывается на содержание сухого вещества в исходном продукте.

15.4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Аппарат для встряхивания жидкости в колбах вместимостью 500 $см^3$, обеспечивающий частоту 60 колебаний в мин.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 100 °С до 110 °С с погрешностью не более ± 2 °С.

Центрифуга с ротором для центрифужных стаканов вместимостью 100 $см^3$, обеспечивающая фактор разделения F = (160 ± 20) g.

Примечание – Фактор разделения $F = 0{,}011 \cdot R \cdot n^2/g$, где R – расстояние от оси вращения ротора центрифуги до середины жидкости, находящейся в центрифужном стакане; n – число оборотов ротора в минуту, g = 9,8 $м/с^2$ – ускорение свободного падения.

Бюксы металлические диаметром 50 мм, высотой от 25 до 35 мм.

Термометр стеклянный жидкостной с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные В-25-38, В-75-110 по ГОСТ 25336.

Часы.

Стаканчики для взвешивания СН-45/13 или СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Термометр ртутный с диапазоном измерения температур от 0 °С до 50 °С и ценой деления 0,2 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные 2-250-2 или 1-250-1 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1-250 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-2-10 и 1-2-25 ГОСТ 29228.

Пипетки градуированные 1-2-1. 1-2-2 и 1-2-5 по ГОСТ 29228.

Фарфоровая ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

Часовое стекло.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

15.5 Подготовка к проведению измерений

15.5.1 Отбор проб и подготовка их к измерению – в соответствии с разделом 3.

Подготовку проб (восстановление сухих яичных продуктов) и измерения проводят при температуре окружающего воздуха (20 ± 4) °С.

15.5.2 Восстановление сухих яичных продуктов

Сухой яичный продукт (желток, белок или меланж) массой (5,0 ± 0,1) г, взвешенный с записью результата в граммах до третьего знака после запятой, помещают в фарфоровую ступку , добавляют 5 $см^3$ дистиллированной воды температурой (19 ± 1) °С и растирают ступкой в течение (10,0 ± 0,5) мин, не надавливая сильно на ступку (растирание порошка необходимо для разрушения плотных частиц и комков). Затем пробу смывают дистиллированной водой из ступки в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, остаток сухого яичного продукта смывают дистиллированной водой со ступки и пестика в эту же мерную колбу. Объем жидкости в мерной колбе доводят до 250 $см^3$ дистиллированной водой, не допуская ее вспенивания. Температура используемой для приготовления пробы дистиллированной воды должна быть (19 ± 1) °С. Осторожно перемешивают содержимое колбы переворачиванием ее несколько раз и все содержимое мерной колбы сразу переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$. Содержимое конической колбы перемешивают в течение (25 ± 1) мин на аппарате для встряхивания с частотой 60 колебаний в мин или в течение (30 ± 1) мин вручную.

15.6 Проведение измерений

В два центрифужных стакана вместимостью 100 см^3 помещают примерно по 50 см^3 восстановленного по 15.5.2 яичного продукта и после их уравновешивания центрифугируют в течение (20,0 ± 0,5) мин с частотой оборотов ротора, соответствующей фактору разделения F = (160 ± 20) g. Отбирают с помощью пипетки 20 см^3 надосадочной жидкости, помещают в бюксу, предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой. Бюксу с надосадочной жидкостью помещают в сушильный шкаф при температуре (105 ± 2) °С. После выпаривания жидкости остаток сушат еще в течение 2 ч, после чего, охладив в эксикаторе, взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака после запятой. Затем бюксу снова помещают в сушильный шкаф при температуре (105 ± 2) °С, сушат 1 ч, охлаждают в эксикаторе, взвешивают. Высушивание, охлаждение и взвешивание повторяют до тех пор, пока расхождение результатов двух параллельных взвешиваний будет не более 0,002 г.

15.7 Обработка результатов измерений

Растворимость яичного порошка в пересчете на сухое вещество, X_{11}, %, вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 250}{20 \cdot m_2} \cdot \frac{100}{W} \ , \qquad (40)$$

где m_1 – масса сухого остатка после высушивания 20 см^3 надосадочной жидкости, г;

100 – коэффициенты пересчета в проценты;

250 – объем восстановленного яичного продукта, см^3;

100 – коэффициент пересчета в проценты;

20 – объем надосадочной жидкости, взятый для высушивания, см^3;

m_2 – масса навески сухого яичного продукта, г;

W – массовая доля сухого вещества в сухом яичном продукте, измеренная в соответствии с разделом 6, %.

За окончательный результат определения растворимости в пересчете на сухое вещество принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ ISO 5725-1 для двух идентичных проб, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r \ , \qquad (41)$$

где X_1 , X_2 – результаты определений растворимости для двух идентичных проб, %;

r – предел повторяемости при P = 0,95, % (см. таблицу 9).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях (по два параллельных определения в каждой лаборатории), разными операторами, с использованием различного оборудования, должно удовлетворять следующему условию приемлемости

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le CD_{0,95} \ , \qquad (42)$$

где $\overline{X_1}$, $\overline{X_2}$ – среднеарифметические результатов определений растворимости, полученных в двух разных лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ – критическая разность при P = 0,95 и $n_1 = n_2$ = 2, % (см. таблицу 9).

15.8 Оформление результатов определений

Вычисления среднеарифметического результатов определений выполняют с точностью до первого десятичного знака.

Результат измерений представляют в виде

$$\overline{X}_{11} \pm \Delta \ , \qquad (43)$$

где $\overline{X}_{11}$ – среднеарифметическое результатов определений растворимости в пересчете на сухое вещество для двух идентичных проб, признанных приемлемыми по 15.7, %;

± Δ – границы абсолютной погрешности при P = 0,95, %, (см. таблицу 9).

16 Требования безопасности

16.1. При подготовке и проведении определений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

16.2. Помещение, в котором проводятся определения, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу.

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

Библиография

[1] ИСО 3310-1:2000 Сита лабораторные. Технические требования и испытания. Часть 1. Лабораторные сита из проволочной ткани (ISO 3310-1:2000 Test sieves; technical requirements and testing; Part 1: Test sieves of metal wire cloth)

УДК 637.544:006.354 МКС 67.120.20

Ключевые слова: сухие и жидкие яичные продукты, яичные полуфабрикаты, яичные кулинарные изделия, методы физико-химического контроля, массовая доля сухих веществ, массовая доля жира, содержание свободных жирных кислот, эффективность пастеризации, массовая доля хлористого натрия, массовая доля сахара, концентрация водородных ионов, растворимость, массовая доля белка

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *А.Б. Заварзина*
Корректор *В.Г. Смолин*
Компьютерная верстка *Д.Е. Першин*

Сдано в набор 20.12.2013. Подписано в печать 7.04.2014. Формат 60x841/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 5,12. Уч.-изд. л. 3,55. Тираж 113 экз. Зак. 2279.

Набрано в ООО «Академиздат».
www.academizdat.ru lenin@academizdat.ru

Издано и отпечатано во
ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

ИПК 603-2012