ГОСТ Р 51413—99
(ИСО 7305—98)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЗЕРНА

Определение кислотного числа жира

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт зерна и продуктов его переработки» (ГНУ ВНИИЗ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 2 «Зерно, продукты его переработки и маслосемена»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 декабря 1999 г. № 568-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст ИСО 7305:1998 «Продукты помола зерновых. Определение содержания жирных кислот», кроме разделов 2, 5, 6

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Введение

Настоящий стандарт распространяется на метод определения количества жирных кислот с длинной цепью неэфирной природы (свободных жирных кислот), которые освобождаются под действием липазы во время хранения продуктов переработки зерна, что обеспечивает качественную и количественную характеристики, отражающие состояние свежести и направления использования этих продуктов.

Используемый для растворения 95 %-ный этиловый спирт разрушает все слабоэнергетические связи, по которым присоединяются жирные кислоты, растворяет последние быстро и количественно, за исключением большей части аминокислот и минеральных солей.

Установление изменения цвета в конечной точке титрования упрощено отсутствием помутнения в растворе благодаря использованию фильтра, который устраняет желтый цвет экстракта.

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЗЕРНА

Определение кислотного числа жира

Milled cereal products. Determination of fat acidity

Дата введения 2001—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения кислотного числа жира в продуктах переработки зерна: муке, манных крупах, полученных из мягкой и твердой пшеницы, а также в макаронах.

Метод применим также к зерну кукурузы, муке и крупам, полученным из нее, муке из ржи и овсяным хлопьям.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ ИСО 2170—97 Зерновые и бобовые. Отбор проб молотых продуктов

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные и тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

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

ГОСТ 29143—91 (ИСО 712—85) Зерно и зернопродукты. Определение влажности (рабочий контрольный метод)

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 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

кислотное число жира: Показатель, характеризующий количество свободных жирных кислот, извлеченных по методу, описанному в настоящем стандарте, и выраженный в миллиграммах гидроксида калия (KOH) или гидроксида натрия (NaOH) на 100 г сухого вещества (11).

Издание официальное

4 Сущность метода

Метод состоит в извлечении жирных кислот этиловым спиртом при комнатной температуре с последующим центрифугированием и титрованием части экстракта гидроксидом натрия.

Допускается результаты пересчитывать относительно гидроксида калия.

5 Реактивы

Все реактивы должны быть квалификации чистый для анализа (ч.д.а.). Используют дистиллированную по ГОСТ 6709 деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Этиловый спирт 95 %-ный (по объему) по ГОСТ 17299.

5.2 Гидроксид натрия (NaOH) по ГОСТ 4328, стандартный объемный раствор, концентрации NaOH = 0,05 моль/дм^3 в 95 %-ном (по объему) этиловом спирте, свободном от карбонатов.

Точную концентрацию проверяют непосредственно перед каждой серией определений кислотного числа жира.

Применяют раствор, приготовленный не менее чем за 5 дней до использования, и сохраняют в посуде из темного стекла с резиновой пробкой.

Раствор NaOH должен быть бесцветным или соломенного цвета.

При отсутствии стандартного раствора NaOH его необходимо приготовить. Для этого этиловый спирт очищают следующим образом. Растворяют 5 — 10 г гидроксида натрия в 1 дм^3 этилового спирта и добавляют 0,5 г алюминиевых стружек. Смесь кипятят с применением обратного холодильника в течение 1 ч, затем этиловый спирт дистиллируют. В полученном таким образом 1 дм^3 этилового спирта растворяют 2 г гидроксида натрия. Приготовленный раствор оставляют в течение 5 сут для выпадения в осадок нерастворенного углекислого натрия, после чего раствор можно использовать.

5.3 Фенолфталеин по ГОСТ 4919.1. Раствор индикатора: 1 г фенолфталеина растворяют в 100 см^3 95 %-ного (по объему) этилового спирта (5.1).

6 Аппаратура

6.1 Сетки проволочные тканые № 1, № 016, № 05 по ГОСТ 6613 для муки, манной крупы и макарон.

6.2 Стаканы для центрифуги из боросиликата или стекла вместимостью 45 см^3, герметично закрывающиеся.

6.3 Центрифуга с фактором разделения 3000, обеспечивающая ускорение в 2000 g.

6.4 Пипетки вместимостью 20 и 30 см^3 по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228.

6.5 Конические колбы вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

6.6 Микробюретка с ценой деления 0,01 см^3 по ГОСТ 29251 и ГОСТ 29252.

6.7 Роторная мешалка со скоростью вращения от 30 до 60 об/мин$^{-1}$.

6.8 Весы лабораторные общего назначения с допускаемой погрешностью взвешивания ±0,01 г.

6.9 Лабораторная мельница для размола манной крупы и макарон (8.1).

6.10 Оранжевый фильтр, типовой фотографический фильтр из ацетата целлюлозы, синее поглощение (длина волны 440 нм).

7 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ ИСО 2170.

Если анализ отобранных проб проводят не сразу, то пробы хранят в герметической таре при температуре 4 °С.

Перед взятием навесок для анализа проба должна иметь температуру лаборатории.

8 Подготовка пробы

8.1 В случае, если мука полностью проходит через сито № 05 (6.1) и не менее 80 % муки (по массе) проходит через сито № 016 (6.1), берут около 50 г муки и просеивают ее через сито № 1 (6.1) для того, чтобы разрушить имеющиеся комочки. До взятия навески пробу тщательно перемешивают.

8.2 Для муки, не отвечающей требованиям (8.1), а также для манной крупы и макарон размалывают навеску около 50 г на лабораторной мельнице (6.9), пока крупность частиц не достигнет размеров, указанных в 8.1. Перед взятием навески для анализа пробу тщательно перемешивают.

9 Определение влажности пробы

Определение влажности пробы — по ГОСТ 29143.

10 Проведение анализа

10.1 Подготовка навески

Из пробы (8) берут навеску массой 5 г с точностью до 0,01 г и помещают в стакан для центрифуги (6.2).

10.2 Определение кислотного числа жира

10.2.1 В стакан для центрифуги (6.2) при помощи пипетки (6.4) добавляют 30 см^3 этилового спирта (5.1). Стакан герметично закрывают и содержимое перемешивают в течение 1 ч на роторной мешалке (6.7) при температуре (20±5) °С. Затем стакан переносят в центрифугу (6.3) и центрифугируют 5 мин с ускорением 2000 g.

10.2.2 Пипеткой отбирают 20 см^3 экстракта в коническую колбу (6.5), прибавляют 5 капель фенолфталеина (5.3) и титруют раствором гидроксида натрия, используя бюретку (6.6), до появления (приблизительно через 3 с) бледно-розового цвета. При этом следует использовать оранжевый фильтр (6.10), который устранит желтую окраску в момент изменения цвета раствора.

Использование оператором оранжевого фильтра в виде окуляра позволит определить изменение цвета раствора с большей точностью благодаря поглощению желтой окраски этилового спирта.

Примечание — Если требуется проверить сходимость, проводят два последовательных определения в соответствии с 10.1 и 10.2.

10.3 Контроль реактивов

Одновременно с основным анализом проводят испытание реактивов, начиная с 10.2.2, заменив 20 см^3 экстракта на 20 см^3 этилового спирта (5.1).

11 Обработка результатов

11.1 Расчет кислотного числа жира по гидроксиду калия

Кислотное число жира $A_к$, мг KOH на 100 г сухого вещества, вычисляют по формуле

$$A_к = \frac{8415(V_1 - V_0)c}{m} \cdot \frac{100}{100 - w}, \quad (1)$$

где c — точная концентрация используемого стандартного объемного раствора гидроксида натрия, моль/дм^3;

m — масса навески, г (10.1);

V_1 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см^3 (10.2);

V_0 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на контрольное титрование, см^3 (10.3);

w — влажность пробы, % (по массе), (9);

8415 — коэффициент, применяемый для гидроксида калия (т.е. 56,1 · 1,5 · 100).

Полученный результат округляют с точностью до миллиграмма.

11.2 Расчет кислотного числа жира по гидроксиду натрия

Кислотное число жира A_{Na}, мг NaOH на 100 г сухого вещества, вычисляют по формуле

$$A_{Na} = \frac{6000(V_1 - V_0)c}{m} \cdot \frac{100}{100 - w}, \quad (2)$$

где c — точная концентрация используемого стандартного объемного раствора гидроксида натрия, моль/дм^3;

m — масса навески, г (10.1);

V_1 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см^3 (10.2);

V_0 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на контрольное титрование, см^3 (10.3);

w — влажность пробы, % (по массе), (9);

6000 — коэффициент, применяемый для гидроксида натрия (т.е. 40 · 1,5 · 100).

Полученный результат округляют с точностью до миллиграмма.

11.3 Пересчет результатов

11.3.1 Для того, чтобы перевести результаты, полученные в миллиграммах гидроксида калия, в результаты, выраженные в миллиграммах гидроксида натрия, результат, полученный в 11.1, умножают на 0,7130.

11.3.2 Для того, чтобы перевести результаты, полученные в миллиграммах гидроксида натрия, в результаты, выраженные в миллиграммах гидроксида калия, результат, полученный в 11.2, умножают на 1,4025.

12 Допустимая погрешность

Результаты межлабораторных испытаний по точности метода приведены в приложении А. Значения, полученные на этих межлабораторных испытаниях, могут не совпадать с результатами, полученными при использовании других растворителей и других концентраций.

12.1 Сходимость

Абсолютная разница между двумя независимыми определениями, выполненными одним оператором в одной лаборатории с использованием данного метода, идентичного материала и того же оборудования в течение короткого времени, превышающая 4 мг гидроксида калия или 3 мг гидроксида натрия, допускается не более чем в 5 % случаев.

12.2 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами определений, полученными различными операторами, в разных лабораториях с использованием данного метода, идентичного материала, но разного оборудования, превышающая 17 мг гидроксида калия или 12 мг гидроксида натрия, допускается не более чем в 5 % случаев.

13 Отчет об анализе

Отчет об анализе должен содержать:

- информацию, необходимую для подтверждения достоверности пробы;
- метод отбора проб (если он известен);
- метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;
- рабочие детали, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как необязательные, но способные повлиять на результат испытаний;
- результаты испытаний;
- сходимость (если она проверялась).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Были проведены две серии межлабораторных испытаний, организованных BIREA на международном уровне с участием 24 лабораторий (испытание № 1) и с участием 21 лаборатории (испытание № 2), при этом каждая лаборатория выполняла два определения. Статистические результаты, оцененные в соответствии с [1], приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Статистические результаты оценки межлабораторных испытаний по определению кислотного числа жира

Показатель	Манная крупа	Мука пшеничная А	Мука пшеничная	Мука пшеничная В	Манная крупа из пшеницы «Дурум»
	Испытание № 1	Испытание № 1	Испытание № 2	Испытание № 1	Испытание № 2
Число лабораторий, оставшихся после удаления аномальных значений	19	20	21	20	21
Средняя величина кислотного числа жира, мг КОН	17,2	29,4	44,7	73,3	45,8
Среднее квадратическое отклонение сходимости s_r, мг КОН	0,80	1,49	1,15	1,49	1,72
Коэффициент изменения сходимости, %	4,7	5,0	2,6	2,0	3,7
Предел сходимости r (2,83 s_r), мг КОН	2,26	4,22	3,25	4,22	4,87
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, мг КОН	4,81	4,24	6,76	7,33	5,73
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	28,0	14,0	15,0	10,0	14,0
Предел воспроизводимости R (2,83 s_R), мг КОН	13,61	11,99	19,12	20,74	16,22

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 5725—86* Точность методов анализа. Определение сходимости и воспроизводимости для стандартного метода анализа путем межлабораторной проверки

* С 1 ноября 2002 г. действуют ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 — ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

ОКС 67.060 Н39 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, продукты растениеводства, продовольственные продукты, мука (продовольственная), мука пшеничная, манная крупа, химический анализ, определение содержания, кислотное число жира

gost.e-ecolog.ru