ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56576— 2015

МУКА ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА МАКАРОННЫХ ИЗДЕЛИЙ

Метод определения желтого пигмента

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Макарон-Сервис» (ООО «Макарон-Сервис)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 3 «Хлебобулочные и макаронные изделия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 сентября 2015 г. № 1366-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www. gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Требования к показателям точности измерений . . . 2
6 Требования к условиям проведения измерений . . . 2
7 Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы . . . 2
8 Требования к квалификации операторов и безопасности . . . 3
9 Подготовка к проведению измерений . . . 3
10 Выполнение измерений . . . 4
11 Обработка результата измерения . . . 4
12 Контроль точности результатов измерений . . . 5
Приложение А (справочное) Данные проведенного межлабораторного эксперимента . . . 6
Библиография . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МУКА ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА МАКАРОННЫХ ИЗДЕЛИЙ

Метод определения желтого пигмента

Flour for pasta production. Method for determination of yellow pigment

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения желтого пигмента в муке для производства макаронных изделий, основанный на экстракции β-каротина водонасыщенным н-бутанолом.

Диапазон измерения от 0 до 5 мкг β-каротина в 100 г муки для производства макаронных изделий.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

ГОСТ 4403—91 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия

ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 9404—88 Мука и отруби. Метод определения влажности

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

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

ГОСТ 31743—2012 Изделия макаронные. Общие технические условия

ГОСТ 31964—2012 Изделия макаронные. Правила приемки и методы определения качества

ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

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

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

ГОСТ Р 50779.42—99 Статистические методы. Контрольные карты Шухарта

ГОСТ Р 52000—2010 Изделия макаронные. Термины и определения

ГОСТ Р 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов, в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя, «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 8.563, ГОСТ Р 52000, ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ 31964, ГОСТ 31743, [1], а также термин с соответствующим определением:

желтый пигмент: показатель качества муки для производства макаронных изделий определяемый как содержание извлекаемого из муки β-каротина, выраженного в миллиграммах на 100 г сухого продукта.

4 Сущность метода

Метод основан на экстракции β-каротина муки при комнатной температуре водонасыщенным н-бутанолом и последующем определением оптической плотности фильтрата.

5 Требования к показателям точности измерений

5.1 Настоящий метод обеспечивает получение результатов измерений содержания желтого пигмента в диапазоне от 0 до 5 мкг β-каротина в 100 г муки для производства макаронных изделий с погрешностями, не превышающими значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), мкг/100 г	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), мкг/100 г	Показатель точности (границы, в которых находится относительная погрешность измерения с вероятностью $P = 0,95$), $\pm \Delta$
0,011	0,11	20

5.2 По мере накопления информации в процессе внутреннего контроля результатов измерений по настоящему методу могут быть уточнены с учетом фактически накапливаемых лабораторией значений с оформлением протокола по [1].

6 Требования к условиям проведения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
- напряжение в сети . . . . . от 198 до 242 В.

7 Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

7.1 Весы лабораторные II (высокого) класса точности по ГОСТ Р 53228.

7.2 Фотоколориметр, предназначенный для измерения оптической плотности при длине волны 440 нм ± 2 с рабочей длиной кюветы 10 мм.

7.3 Колбы мерные вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770.

7.4 Фильтровальная бумага по ГОСТ 12026.

7.5 Мельница лабораторная, обеспечивающая получение пробы муки с частицами крупности 160 мкм.

7.6 Сито лабораторное с размером отверстий 160 мкм (41/43ПА) по ГОСТ 4403.

7.7 Н-бутанол по ГОСТ 6006.

7.8 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 52501.

7.9 Мешалка орбитальная с диапазоном установки скорости вращения, об/мин: от 0 до 2500.

7.10 Пипетка с одной меткой вместимостью 50 см³ по ГОСТ 29169.

7.11 Дозатор одноканальный с переменным объемом дозирования от 100 до 1000 мкл.

7.12 β-каротин с массовой долей основного вещества не менее 97 %. Для хранения раствора β-каротина используют охлаждающий термостат, обеспечивающий поддержание температуры от 3 °С до 10 °С в течение длительного времени.

Допускается использование средств измерений, вспомогательного оборудования и материалов с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

8 Требования к квалификации операторов и безопасности

8.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе обучения и уложившегося в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности испытаний.

8.2 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при организации обучения работников безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004; требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.4.009 и электробезопасности при работе с электрооборудованием по ГОСТ 12.1.019.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Подготовка лабораторной пробы

Для приготовления лабораторной пробы в соответствии с ГОСТ 27668 отбирают 200—250 г муки из суммарной пробы и измельчают на лабораторной мельнице до прохождения 90 % муки через сито с размером отверстий 160 мкм.

9.2 Определение влажности

Влажность муки определяют по ГОСТ 9404.

9.3 Приготовление растворов для градуировки

9.3.1 Приготовление водонасыщенного н-бутанола

К 1000 см³ н-бутанола добавляют 50 см³ дистиллированной воды. Смесь интенсивно встряхивают в течение 1—2 мин, затем дают отстояться до разделения фаз. Если вся вода перешла в н-бутанол, то добавляют дистиллированную воду по 50 см³ до тех пор, пока не произойдет разделение фаз после интенсивного взбалтывания. Верхний слой водонасыщенного н-бутанола сливают и используют.

9.3.2 Приготовление основного раствора β-каротина

Раствор β-каротина с концентрацией 100 мкг/см³ (основной раствор) готовят в следующей последовательности. Навеску β-каротина массой (0,010 ± 0,001) г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 50 см³ н-бутанола, перемешивают до полного растворения и доводят объем раствора до метки.

Раствор хранят в охлаждающем термостате в герметично закрытой посуде из темного стекла. Срок хранения 6 месяцев.

9.4 Построение градуировочного графика

Приготовление градуировочных растворов с концентрацией β-каротина 1; 2; 3; 4; 5 мкг/см³ основано на разведении основного раствора β-каротина водонасыщенным н-бутанолом.

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ с одной меткой вносят дозатором соответственно 0, 1, 2, 3, 4 и 5 см³ основного раствора β-каротина . Каждый раствор доводят до метки раствором водона-

сыщенного н-бутанола и тщательно перемешивают. Приготовленные растворы имеют следующие концентрации 0, 1, 2, 3, 4 и 5 мкг/см^3 β-каротина соответственно.

Измерить на спектрофотометре при длине волны 440 нм, используя кюветы с длиной оптического пути 10 мм, оптическую плотность каждого градуировочного раствора относительно аналогичного показателя раствора, содержащего 0 мкг β-каротина.

Построить график зависимости полученных фактических значений оптической плотности от концентрации β-каротина.

10 Выполнение измерений

10.1 Условия выполнения измерений — по разделу 5.

10.2 Из лабораторной пробы, подготовленной по 8.1, отбирают пробы для анализа массой (10,0 ± 0,01) г помещают в колбу и заливают пипеткой с одной отметкой 50 см^3 водонасыщенного н-бутанола, приготовленного по 8.3.1. Перемешивают на мешалке в течение 2 часов при 200 об/мин. Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр.

10.3 Отфильтрованный экстракт помещают в кюветы с рабочей длиной 10 мм и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 440 нм.

11 Обработка результата измерения

11.1 Массовая доля β-каротина в пересчете на абсолютно сухое вещество X, мг/100 г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100_1 \cdot 100_2}{m \cdot (100_2 - W) \cdot 1000}, \quad (1)$$

где C — концентрация β-каротина в экстракте, найденная по калибровочному графику, мкг/см^3;

V — общий объем экстракта, 50 см^3;

m — навеска муки, 10 г;

W — влажность муки, определяемая по п. 9.2;

100_1 — коэффициент пересчета массовой доли β-каротина на 100 г муки;

100_2 — коэффициент пересчета массовой доли β-каротина на абсолютно сухое вещество;

1000 — коэффициент перевода микрограммов в миллиграммы.

11.2 За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений. Результат измерений содержания желтого пигмента округляют до 0,01 мкг. Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение предела повторяемости.

Примечание — За параллельные определения содержания желтого пигмента принимают последовательно проведенные определения оптической плотности из подготовленного по 10.2 фильтрата и рассчитанного по 11.1.

11.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6, проводят в следующем порядке.

Если абсолютное расхождение между результатами параллельных измерений, полученными в условиях повторяемости, не превышает значения предела повторяемости r, равного 0,03 мкг/100 г принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений.

Если абсолютное расхождение превышает предел повторяемости r, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями разделов 10.2 и 10.3.

11.4 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6, проводят в следующем порядке.

Проверку проводят при получении результатов измерений двумя лабораториями. При этом пробы для выполнения измерений должны быть однородны, их количество должно быть подготовлено с необходимым резервом для возможных повторных измерений.

Каждая лаборатория получает результаты двух последовательных измерений и проводит проверку их приемлемости по 11.3.

Совместимость окончательных результатов измерений, полученных двумя лабораториями, проверяют, сравнивая абсолютное расхождение между двумя средними результатами измерений с критической разностью $CD_{0,95}$:

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}, \quad (2)$$

где R — предел воспроизводимости, равный 0,3 мкг/100 г;

r — предел повторяемости, равный 0,03 мкг/100 г.

Примечание — Формула (2) применяется в случае, если средние значения получены как среднеарифметические двух последовательных определений ($n_1 = n_2 = 2$).

Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в 5.3.3 ГОСТ ИСО 5725-6.

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 Контроль погрешности результатов измерений — в соответствии с [1], ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12.2 Контроль стабильности результатов измерений — в соответствии с положениями ГОСТ Р 50779.42, [1].

12.3 Процедуры контроля и их периодичность указывают в Руководстве по качеству или в контракте на поставку продукции. Если такая периодичность не указана, то руководствуются рекомендациями [1] по выбору числа контрольных процедур в зависимости от объема анализируемых проб.

Приложение А
(справочное)

Данные проведенного межлабораторного эксперимента

А.1 Процедура подготовки и проведение измерений, регламентированное настоящим стандартом разработан на основе международного стандарта [2], а так же документов, разработанных американской ассоциацией химиков зерна и продуктов его переработки [3], [4].

А.2 С целью аттестации метода, приведенного в настоящем стандарте, на предприятиях Российской Федерации, производящих макаронные изделия, были организованы межлабораторные сличительные испытания:

- количество лабораторий, принявших участие в эксперименте — 5;
- количество проб, предоставленных в каждую из лабораторий — 7;
- количество фотоколориметров — 5;
- количество типов фотоколориметров — 3.

Все результаты измерений, представленные лабораториями, были приняты в расчет метрологических характеристик методики измерений, изложенной в настоящем стандарте.

Таблица А.1— Результаты статистической обработки межлабораторного эксперимента

Наименование показателя	Значение показателя
Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) S_r, мг/100 г	0,11
Предел повторяемости r, мг/100 г	0,03
Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости) S_R, мг/100 г	0,011
Предел воспрроизводимости R, мг/100 г	0,3
Показатель точности (границы, в которых находится относительная погрешность измерения с вероятностью P = 0,95), ± Δ	20

А.3 Полученные в результате межлабораторного эксперимента характеристики повторяемости и воспроизводимости отвечают приведенным в [2].

Библиография

[1] РМГ 76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[2] ИСО 11052:1994 Durum wheat flour and semolina — Determination of yellow pigment content (Мука пшеничная макаронная и крупка. Определение содержания желтого пигмента)

[3] AACC International Method 14-50.01 Determination of Pigments (AACC метод 14-50.01 Определение пигментов)

[4] AACC International Method 14-60.01 Total Carotenoid Content of Cereal Grains and Flours (AACC метод 14-60.01 Общее содержание каротиноидных пигментов в зерне и муке)

УДК 664.694:006.354 ОКС 67.060 ОКСТУ 9107 9109

Ключевые слова: мука макаронная, желтый пигмент, методы отбора проб, подготовка проб, метрологические характеристики измерений

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

Сдано в набор 18.11.2015. Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 50 экз. Зак. 3937.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru