ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ЖИРНЫЕ И МАСЛО СЛИВОЧНОЕ

Определение кислотного числа жира (контрольный метод)

СТ РК ИСО 1740-2009

ISO 1740:2004 Milkfat products and butter – Determination of fat acidity (reference method) (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и техническим комитетом по стандартизации № 44 «Технолог» (товарищество с ограниченной ответственностью «Эксперт-Консалтинг»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 17 августа 2009 года № 418-од

3 Настоящий стандарт идентичен к международному стандарту ISO 1740:2004 Milk fat products and butter – Determination of fat acidity (reference method) (Продукты молочные жирные и Масло сливочное. Определение Кислотного числа жира (контрольный метод), с дополнительными требованиями, которые по тексту выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Республики Казахстан «О техническом регулировании»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2014 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячно информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликовано в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ЖИРНЫЕ И МАСЛО СЛИВОЧНОЕ
Определение кислотного числа жира (контрольный метод)

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения кислотного числа в продуктах молочных жирных и в сливочном масле.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации.

СТ РК 2.75-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок аттестации испытательного оборудования.

ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 4977-85) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.

ГОСТ 3622-68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию.

Издание официальное

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 26809-86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу.

ИСО 2446-2008 Молоко. Определение содержания жира (Общепринятый метод).*

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положения, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяется следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **Кислотное число жира в продуктах молочных жирных и в сливочном масле:** Количество гидроксида калия, необходимое для нейтрализации жирных кислот в 100 г жира.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Жирная кислота выражается в миллимолях на 100 г жира.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Следующие альтернативные методы выражения кислотного числа применялись в прошлом, но они больше не рекомендуются:

а) число в миллиграммах гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных кислот, содержащегося в 1 г жира (равна кислотному числу);

б) число граммов олеиновой кислоты на 100 г жира (равна проценту свободных жирных кислот).

4 Сущность метода

В отдельных случаях со сливочным маслом, жир сначала отделяется от топленого масла центрифугированием.

Растопленные печи молочный жирный продукт или жир из масла фильтруется через фильтровальную бумагу.

Фильтрат растворяется в смеси пропана-2-ола и петройлейного эфира, затем титрируется стандартным раствором тетра-n-бутиламмониум хидроксида, применяя голубой тимоловый в качестве индикатора.

---

* применять в соответствии с СТ РК 1.9.

5 Реактивы

5.1 Применяются реактивы, признанной аналитической чистоты, дистиллированная и деминерализованная вода или вода эквивалентной чистоты.

5.2 Стандартный раствор гидроокиси тетра-n-бутиламмониум, $c(C_{16}H_{37}NO) = 0{,}1\ моль/дм^3$, в смеси пропан-2-ола/ метанола, 3 + 1 (объемной доли).

Концентрация стандартного раствора гидроокиси тетра-n-бутиламмониум может изменяться во время хранения и при перемещении в бюретку. Для данных показаний фактическая концентрация раствора должна быть определена с точностью до четвертого знака непосредственно до момента применения титрования стандартного раствора гидроксид калия фтолат ($КНС_8Н_4О_4$), применяя голубой тимоловый в качестве индикатора.

Однако, если бюретка оборудована приспособлением, исключающим проникновение углекислого газа, концентрация стандартного раствора тетра-n-бутиламмониум хидроксида является устойчивым на долгий период. В данном случае фактическая концентрация раствора должна контролироваться только для каждого ряда определения, осуществлением контрольного испытания (7.5), применяя эталонный жир (4.4).

5.3 Раствор голубой тимоловый, $\rho(C_{27}H_{30}O_5S) = 0{,}1\ г/дм^3$, в пропан-2-ол.

Растворить 0,1 г натриевой соли голубого тимолового в 100 см³ пропан-2-ол для приготовления исходного раствора. До применения разбавить один объем данного исходного раствора с девятью объемами пропан-2-ол.

5.4 Растворитель жиров

5.4.1 Смешать одну часть голубого тимолового (5.3) с четырьмя частями петройлейного эфира (интервал кипения от 60 °С до 80 °С). Хранить данную смесь в темном месте. Смесь может храниться свыше 1 месяца.

5.4.2 Если контрольные опыты (8.4) дают высокие результаты, нейтрализовать жировой растворитель стандартным раствором тетра-n-бутиламмониум хидроксида (5.1) до тех пор пока не получится слабо зеленоватый цвет.

5.5 Стандартный образец (для контроля периодически всей процедуры титрования).

5.5.1 Приготовление стандартных образцов жира

Растворить известное количество пальмитиновой кислоты ($С_{16}Н_{32}О_2$) в промытом молочном жиру (см. 5.5.2). Соответствующие концентрации пальмитиновой кислоты от 0,5 ммоль до 2,0 ммоль пальмитиновой кислоты на 100 г. жира.

Вычислить кислотное число жира образцов стандартного жира в миллимолях пальмитиновой кислоты на 100 г стандартного жира.

ПРИМЕЧАНИЕ Данное вычисленное значение может служить как контрольное значение.

5.5.2 Промытый молочный жир

Промыть молочный жир высокого качества с водным раствором гидроксида калия [c(KOH) = 0,1 моль/дм^3]. Затем смыть водой, центрифугировать и профильтровать через фильтровальную бумагу.

5.5.3 Хранение

Распределить стандартный жир в колбы и запечатать их герметично. Колбы хранятся в темном месте при температуре не превышающей 4 °С в течение 4 недель. При необходимости хранения жира в течение длительного времени, жир замораживают и хранят в темном месте.

6 Приборы

6.1 Аналитические весы по *ГОСТ 24104*, с точностью до 0,01 г.

6.2 Центрифуга, способная производить радиальное ускорение, по крайней мере, 350 г, с поворотным ротором, например, так называемый центрифуга Гербера (см. ИСО 2446).

6.3 Центрифужные пробирки по *ГОСТ 1770*.

6.4 Стеклянные воронки и фильтровальная бумага (среднее качество) по *ГОСТ 12026*.

6.5 Пипетки или шприцы, с объемом от 5 см^3 до 10 см^3.

6.6 Пипетки или шприцы, с объемом (50 ± 0,5) см^3.

6.7 Сосуды для титрования, например, конические колбы с объемом приблизительно от 100 см^3 до 250 см^{3}мл по *ГОСТ 1770*.

6.8 Бюретка, градуированная в делениях 0,02 см^3.

6.9 Азот, без содержания углекислоты.

6.10 Печь, электрически нагреваемая, поддерживающая температуру (50 ± 2) °С.

6.11 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, поверке средств измерений в соответствии с СТ РК 2.4 и внесению в реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, испытательное оборудование подлежат аттестации в соответствии с СТ РК 2.75.

7 Отбор образцов

Отбор образцов – по *ГОСТ 3622, ГОСТ 26809*.

Образец не должен быть поврежден или изменен во время хранения или транспортировки в лабораторию.

8 Порядок проведения контроля

8.1 Подготовка испытательного образца

8.1.1 Масло сливочное

Установить печь (6.10) при температуре 50 °С.

Растопить соответствующее количество продукта молочного жирного в печи, профильтровать через сложенную сухую фильтровальную бумагу в печи.

8.2 Рабочая часть образца

Взвесьте с точностью до 0,01 г от 5,00 до 10,00 г испытательного образца (8.1), поместите жир в сосуд для титрования (6.7) с помощью пипетки или шприца (6.5).

8.3 Определение

8.3.1 Добавить рабочую часть образца (8.2) 50 $см^3$ жирового растворителя (5.3), применяя пипетку или шприц (6.6) и растопить жир.

8.3.2 Титровать топленый жир со стандартным раствором тетра-n-бутиламмониум хидроксида (5.1) под потоком азота (6.9) до тех пор пока желтая смесь не станет светло желтого цвета 5 с.

Зарегистрировать значение раствора (5.1) применяемое к приближенному 0,01 $см^3$.

ПРИМЕЧАНИЕ Чтобы соответствовать требованиям для точности, необходимо исключить углекислоту из сосуда для титрования во время процедуры титрования; оно может быть достигнуто выполнением титрования в атмосфере азота.

Альтернативно, процедура титрования может выполняться с использованием автоматического оборудования для титрования и колориметрическое определение конечной точки титрования (см. [1] и [2]).

8.4 Контрольный опыт

Выполнить контрольный опыт вместе с определением, применяя такую же процедуру и такие же реактивы, но опуская рабочую часть образца.

Значение, полученное в контрольном опыте должно быть менее чем 5 % значения наименьшего титрования, определенного на испытательных образцах. Если полученное значение выше, то нейтрализовать жировым растворителем до начала применения (см. 5.3.2).

8.5 Контрольное испытание

Выполнить контрольное испытание в начале каждого ряда определения, такую же процедуру и такие же реактивы, но используя стандартный жир вместо рабочей части образца. Контрольное испытание должно включать два определения для одного стандартного образца.

Проверить результаты, соответствуют ли требованиям на повторяемость (10.2). Принять за конечный результат среднеарифметическое значение полученных результатов. Конечный результат должен отличаться не мене

чем 5 %, на 100 г жира не более на 0,05 ммоль, от вычисленного значения в 5.4.1.

Если результат не удовлетворяет требования, то проверьте в отдельности реактивы, оборудование и процедуры.

9 Обработка результатов

9.1 Вычислить кислотное число жира рабочей части образца, w_a, в миллимолях на 100 г по формуле (1):

$$w_a = \frac{(V_1 - V_2)\cdot c}{m} \times 100 \qquad (1)$$

где V_1 - значение стандартного раствора гидроокиси тетра-n-бутиламмониум (5.1), применяемого в титровании расствореннной рабочей части образца (8.3.2), см³;

V_2 - значение стандартного раствора гидроокиси тетра-n-бутиламмониум (5.1), применяемого в титровании контрольной пробы (8.4), см³;

c - точная концентрация стандартного раствора гидроокиси тетра-n-бутиламмониум (5.1), моль/л;

m - масса рабочей части образца (8.2), г.

9.2 Вычислить кислотное число жира с точностью до второго знака. Если повторяемость проверена и соответствует требованиям (см. 10.2), принять за конечный результат арифметическим методом двух результатов.

ПРИМЕЧАНИЕ Известные альтернативные методы расчета, применяемые для определения числа кислотности жира, представлены ниже.

а) Вычислить кислотное значение w_{ar}, в миллиграммах гидроксида калия на грамм жира по формуле (2):

$$w_{ar} = \frac{M_1 \cdot w_a}{100} \qquad (2)$$

где, w_a - число кислотности жира рабочей части образца, в миломолях на 100 г жира;

M_1 - относительная молекулярная масса гидроксида калия $(M_1) = 56.1$

б) Вычислить кислотное значение w_{fa}, в миллиграммах гидроксида калия на грамм жира, по формуле (3):

$$w_{fa} = \frac{M_2 \cdot w_a}{1000} \qquad (3)$$

где, w_a - число кислотности жира рабочей части образца, в миломолях на 100 г жира;

M_2 - относительная молекулярная масса олеиновой кислоты $(M_2) = 282$.

10 Точность

10.1 Межлабораторные испытания

Значения повторяемости и воспроизводимости выводятся из результатов межлабораторных испытаний, выполненных и установленных в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-2* и опубликованы в [3].

Точные требования связаны с образцами с числом кислотности жира в пределах от 0,20 до 2,00 ммоль на 100 г жира. При высокой степени числа кислотности жира, данные требования не всегда достигаются.

10.2 Повторяемость

Абсолютные различия между двумя независимыми отдельными результатами испытания, полученные с применением такого же метода на идентичном испытательном материале в такой же лаборатории такими же операторами, используя такое же оборудование в короткий интервал времени, будет не более чем 5 % случаев более чем 0,05 ммоль на 100 г.

Отклоните два результата, если отличие превышает 0,05 ммоль на 100 г и выполните два новых отдельных вычисления.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютные различия между двумя отдельными результатами испытания, полученные с применением такого же метода на идентичном испытательном материале в такой же лаборатории такими же операторами, используя такое же оборудование в короткий интервал времени, будет не более чем 5 % случаев более чем 0,08 ммоль на 100 г.

11 Оформление результатов испытаний

Протокол испытания должен включать:

а) всю информацию необходимую для окончательной идентификации образца;

б) применяемый метод отбора образцов, если известно;

в) применяемый метод испытания, ссылаемый на настоящий стандарт;

г) все операционные детали, не соответствующие настоящему стандарту, или рассмотренные в качестве необязательного, вместе с деталями случая, которые могут влиять на результат испытания;

д) результаты испытания, полученные ясной ссылкой методом, применяемого выражения.

Библиография

[1] Дриссен Ф.М., Джеллема, А., Ван Луин, Ф.Д.Р., Стадхаудерс, Д. и Уолберс, Д.Д.М. Определение числа кислотности жира в непастеризованном молоке. Адаптация метода BDI, применимая для обычных анализов. Нид.Журнал молочного хозяйства, 31, 1977, стр. 40 -55.

[2] Картир, П., Чиллиард, И и Чазал, М.П., 64, 1984, стр. 340 – 355.

[3] Джеллема, А., Огер, Р. И Ван Ройсел, А. Продукты молочные жирные и масло сливочное. Определение числа кислотности жира. Совместно исследовано объединенной группой экспертов ИСО/IDF/ AOAC Е39. Бюллетень Международной Федерации по молочной продукции, № 235, стр. 81 – 91.

УДК 637.2:637.2.06/.07:543:006.354(574) **МКС 65.060**

Ключевые слова: кислотное число, продукты молочные жирные, масло сливочное, реактивы, молочный жир, стандартный жир, процедура, титрование, протокол испытаний

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru