



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ПРОДУКТИ З МЕЛЕНОГО ЗЕРНА

**Визначення кислотного числа жиру
(ISO 7305:1998, MOD)**

ДСТУ 4250:2003

Видання офіційне

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет зі стандартизації «Зернові культури та продукти переробки» (ТК 41)

РОЗРОБНИКИ: Г. Гуменюк, д-р с.-г. наук; В. Бурцев, канд. біол. наук; Г. Головатюк

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 28 листопада 2003 р. № 213 з 2005-01-01, зі зміною дати чинності згідно з наказом № 42 від 8 лютого 2005 р.

3 Національний стандарт відповідає ISO 7305:1998 Milled cereal products — Determination of fat acidity (Продукти з меленого зерна. Визначення кислотного числа жиру)

Ступінь відповідності — модифікований (MOD)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.

Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України.

Держспоживстандарт України, 2005

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Термін та визначення поняття	1
4 Суть методу	2
5 Реактиви	2
6 Апаратура	2
7 Відбирання проб	3
8 Готовання проб для випробовування	3
9 Визначення вмісту вологи у досліджуваній пробі	3
10 Методика визначення	3
10.1 Досліджувана проба	3
10.2 Визначення	3
10.3 Контрольна проба	3
11 Опрацювання результатів	4
12 Точність	4
12.1 Міжлабораторні випробовування	4
12.2 Повторюваність	4
12.3 Відтворюваність	5
13 Протокол випробовування	5
Додаток А Результати міжлабораторних випробувань	5
Додаток В Бібліографія	6
Додаток НА Перелік стандартів, ідентичних міжнародним, посилання на які є в цьому стандарті	6

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 7305:1998 Milled cereal products — Determination of fat acidity (Продукти з меленого зерна. Визначення кислотного числа жиру).

ISO 7305 розроблено Технічним комітетом ISO/TC 34 «Сільськогосподарські харчові продукти», Підкомітетом SC 4 «Зернові та бобові».

Це друге видання скасовує та замінює перше видання (ISO 7305:1986), воно є технічним переглядом цього документа.

Додатки А та В до цього стандарту — лише довідкові.

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 41 «Зернові культури та продукти переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Цей стандарт рекомендовано використовувати під час імпортно-експортних операцій та у науково-дослідних роботах.

Технічні відхили і додаткову інформацію вміщено безпосередньо до пунктів, яких вони стосуються, надруковано іншим шрифтом і позначено «Національний відхил».

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— одиниці об'єму рідини мілілітри (мл) замінено на кубічні сантиметри (см^3), згідно з вимогами Міжнародної системи одиниць;

— до розділу 2 «Нормативні посилання» подано «Національне пояснення», яке в тексті стандарту виділено рамкою;

— зміст виноски до розділу 2 «¹⁾ Буде опублікований (перегляд ISO 712:1985)» замінено на «Опублікований з познакою ISO 712:1998»;

— слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;

— структурні елементи цього стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ», «Терміни та визначення понять» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національного стандарту України.

Перелік міждержавних стандартів (ГОСТ), ідентичних МС, посилання на які є в цьому стандарті, наведені в додатку НА.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ПРОДУКТИ З МЕЛЕНОГО ЗЕРНА

Визначення кислотного числа жиру

ПРОДУКТЫ ИЗ МОЛОТОГО ЗЕРНА

Определение кислотного числа жира

MILLED CEREAL PRODUCTS

Determination of fat acidity

Чинний від 2005–07–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт описує метод визначення «кислотного числа жиру» мелених зернових продуктів. Він поширюється на борошно і манні крупи, отримані із пшениці і твердої пшениці, а також на тісто для макаронних виробів.

Примітка. Цей метод можна застосувати також до зерна, борошна і манних круп, отриманих із кукурудзи, до житнього борошна і до вівсяніх пластівців, однак необхідно провести додаткові міжлабораторні випробовування для підтвердження такого розширення сфери застосування.

Національна примітка.

Цей стандарт застосовують під час експортно-імпортних операцій, а також в науково-дослідних роботах.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У наступних стандартах містяться положення, які через посилання в цьому тексті представляють положення цього стандарту. На час публікації вказані видання були чинні. Всі стандарти є об'єктом перегляду, і в частинах, які підлягають узгодженню і основаних на цьому стандарті, треба використовувати останні видання стандартів, наведених нижче. Члени IEC і ISO ведуть реєстри чинних Міжнародних стандартів.

ISO 712:—¹⁾ Cereals and cereal products — Determination of moisture content — Routine reference method.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 712:— Зерно і зернові продукти. Визначення вмісту вологи (Робочий контрольний метод).

Копію ISO 712 можна придбати в Головному фонді нормативних документів ДП «УкрНДНЦ».

3 ТЕРМІН ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТТЯ

У цьому стандарті використовують таке визначення:

¹⁾ Опублікований з познакою ISO 712:1998.

3.1 кислотне число жиру (*fat acidity*)

Традиційний термін, який використовують для визначення кількості кислот, головним чином неетерифікованих жирних кислот, екстрагованих за методикою, описаною в цьому стандарті.

Примітка. Кислотне число жиру виражають в міліграмах гідроксиду калію на 100 г сухої речовини. Воно може бути також виражене в міліграмах гідроксиду натрію на 100 г сухої речовини (див. розділ 11).

4 СУТЬ МЕТОДУ

Розчиняють кислоти в етанолі за кімнатної температури, після чого центрифугують і титрують кратну порцію надосадової рідини гідроксидом натрію.

Перетворення отриманих результатів для їх вираження в перерахуванні на гідроксид калію.

5 РЕАКТИВИ

Використовують реактиви тільки визнаної аналітичної якості і здистильовану або здемінералізовану воду, або воду еквівалентної чистоти.

5.1 Еталон, 95 % розчин (за об'ємом).

5.2 Гідроксид натрію, стандартний волюметричний розчин, $c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$, в 95 % (за об'ємом) етанолі, який не містить карбонатів.

Концентрація розчину повинна бути відома і перевірена безпосередньо перед серією визначень кислотного числа жиру.

Використовують розчин, приготовлений раніше принаймні за 5 днів і який зберігався у коричневій скляній пляшці, закритій ґумовою пробкою. Розчин повинен бути безбарвним або солом'яного кольору.

Якщо немає комерційного розчину, етанол очищають таким чином.

Розчиняють від 5 г до 10 г гідроксиду натрію в 1 дм³ етанола і додають 0,5 г алюмінієвої стружки. Кип'ятять суміш протягом 1 год, потім дистиллюють етанол. Розчиняють необхідну кількість гідроксиду натрію (тобто дають концентрацію 2 г/дм³) в дистиляті. Дають відстоятися протягом 5 днів, щоб нерозчинний карбонат натрію випав в осад, потім використовують надосадовий розчин.

5.3 Фенолфталейн, розчин індикатора концентрації 1 г на 100 см³ 95 % (за об'ємом) етанолу (5.1).

6 АПАРАТУРА

Використовують лабораторне обладнання і, зокрема, таке:

6.1 Сита, або тонку металічну сітку, з номінальним розміром чарунки 1 мм (для борошна, якщо необхідно), 160 мкм і 500 мкм (для манних круп або макаронного тіста).

6.2 Центрифужні пробірки, із боросилікатного скла, місткістю 45 см³, які герметично закриваються.

6.3 Центрифугу, здатну розвивати відцентрове прискорення 2000 г.

6.4 Піпетки, місткістю 20 см³ і 30 см³.

6.5 Конічну колбу, місткістю 250 см³.

6.6 Мікробюretку, з поділками 0,01 см³.

6.7 Мішалку, потужністю від 30 об/хв до 60 об/хв.

6.8 Аналітичні терези, точність зважування до $\pm 0,01$ г.

6.9 Дробарку, яка проводить подрібнення без значного нагрівання (для манних круп і макаронного тіста).

6.10 Оранжевий фільтр, фільтр із ацетату целюлози, фотографічного типу, що поглинає блакитні промені (довжина хвилі 440 нм).

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання проб не є частиною методу, описаного в цьому стандарті. Рекомендований метод відбирання проб наведений в ISO 13690.

Важливо, щоб лабораторія отримувала проби високої якості, які не були пошкоджені або змінені в процесі транспортування і зберігання.

Кислотне число жиру під час зберігання збільшується, тому проби треба зберігати в закупорених посудинах за температури до 4 °C. Дозволено доводити пробу до лабораторної температури в закупореній посудині перед взяттям проби для випробовування.

8 ГОТУВАННЯ ПРОБ ДЛЯ ВИПРОБОВУВАННЯ

8.1 Для борошна, що повністю просіюється крізь сіто, розмір чарунок якого становить 500 мкм (6.1) і принаймні 80 % (за масою), просіюється крізь сіто з розміром чарунок 160 мкм (6.1), узяти приблизно 50 г борошна і просіяти його, якщо це необхідно, використовуючи сіто з розміром чарунок 1 мм (6.1), щоб видалити всі наявні грудочки. Добре перемішують перед відбиранням наважки для випробовування.

8.2 Для іншого борошна, а також для манних круп і макаронного тіста подрібнюють приблизно 50 г в дробарці (6.9) так, щоб розмір частинок був такий, як зазначено в 8.1. Ретельно перемішують перед відбиранням наважки для випробовування.

9 ВИЗНАЧАННЯ ВМІСТУ ВОЛОГИ У ДОСЛІДЖУВАНІЙ ПРОБІ

Визначити вміст вологи у досліджуваній пробі згідно з ISO 712.

Національний відхил.

Дозволено вміст вологи визначати згідно з ГОСТ 29143 (ISO 712:1985).

10 МЕТОДИКА ВИЗНАЧАННЯ

Примітка. Якщо необхідно перевірити, чи досягається межа повторюваності (12.2), треба виконати два окремі визначення відповідно до 10.1 і 10.2.

10.1 Досліджувана проба

Зважують з точністю до 0,01 приблизно 5 г досліджуваної проби (розділ 8) і поміщають наважку в центрифужну пробірку (6.2).

10.2 Визначення

10.2.1 Переносять піпеткою (6.4) 30 см³ етанолу (5.1) у центрифужну пробірку (6.2). Герметично закривають пробірку і перемішують вміст протягом 1 год, використовуючи обертальну мішалку (6.7), яка працює за температури (20 ± 5) °C. Потім виймають пробку і центрифугують (6.3) вміст протягом 5 хв з прискоренням 2000 г.

10.2.2 Переносять піпеткою (6.4) 20 см³ надосадової рідини в конічну колбу (6.5). Додають 5 крапель розчину фенолфталеїну (5.3).

Відтитровують розчин, використовуючи мікробюретку (6.6), розчином гідроксиду натрію (5.2) доти, доки, приблизно через 3 хв, він не пофарбується в блідо-рожевий колір, використовуючи оранжевий фільтр (6.10), щоб прибрати жовте забарвлення під час змінення кольору індикатора. Використовуючи окуляри з оранжевим фільтром, які одягає на очі оператор, спостерігають зміну кольору індикатора з більшою точністю, прибираючи жовте забарвлення етанолового екстракту.

10.3 Контрольна проба

Паралельно з визначенням виконують контрольну пробу, починаючи з 10.2.2 і замінюючи 20 см³ надосадової рідини 20 см³ етанолу (5.1).

11 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТИВ

11.1 Розрахування кислотного числа жиру за розчином гідроксиду калію

Кислотне число жиру, A_K , виражене в міліграмах гідроксиду калію на 100 г сухої речовини, визначають за таким рівнянням:

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

де c — концентрація екстракта, виражена в молях на дециметр кубічний використаного стандартного волюметричного розчину гідроксиду натрію;
 m — маса, в грамах, досліджуваної наважки (10.1);
 V_1 — об'єм, в см^3 , розчину гідроксиду натрію, використаного під час визначення (10.2);
 V_0 — об'єм, в см^3 , розчину гідроксиду натрію, використаного за контролльованої проби (10.3);
 w — вміст вологи, виражений в відсотках від маси досліджуваної проби (розділ 9);
8 415 — стала, яку треба застосовувати для гідроксиду калію, тобто ($56,1 \times 1,5 \times 100$).

Округлити результат до міліграма.

11.2 Розрахування кислотного числа жиру за розчином гідроксиду натрію

Кислотне число жиру, A_{Na} , виражене в міліграмах гідроксиду натрію на 100 г сухої речовини, визначають за таким рівнянням:

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

де c — концентрація екстракта, виражена в молях на дециметр кубічний використаного стандартного волюметричного розчину гідроксиду натрію;
 m — маса, в грамах, досліджуваної порції (10.1);
 V_1 — об'єм, в см^3 , розчину гідроксиду натрію, використаного під час визначення (10.2);
 V_0 — об'єм, в см^3 , розчину гідроксиду натрію, використаного за контрольної проби (10.3);
 w — вміст вологи, виражений в процентах від маси досліджуваної проби (розділ 9);
6 000 — стала, яку треба застосовувати для гідроксиду натрію, тобто ($40 \times 1,5 \times 100$).

Округлюють результат до міліграма.

11.3 Перетворювання результатів

11.3.1 Щоб перетворити результати, виражені гідроксидом калію, в результати, виражені гідроксидом натрію, необхідно помножити результат, отриманий в 11.1, на 0,7130.

11.3.2 Щоб перетворити результати, виражені гідроксидом натрію, в результати, виражені гідроксидом калію, необхідно помножити результат, отриманий в 11.2, на 1,4025.

12 ТОЧНІСТЬ

12.1 Міжлабораторні випробовування

Деталі міжлабораторних випробовувань на точність методу наведено у додатку А. Величини, отримані в цих випробовуваннях, можуть бути непридатними до діапазонів концентрацій і форм, які відрізняються від даних.

12.2 Повторюваність

Абсолютна різниця між результатами двох окремих незалежних випробовувань, які отримані з використанням одного й того самого методу на ідентичному досліджуваному матеріалі, в тій самій лабораторії, одним і тим самим оператором, який використовував одне і те саме обладнання, протягом короткого тимчасового інтервалу, не повинна більш ніж у 5 % випадків бути більшою ніж 4 мг гідроксиду калію або 3 мг гідроксиду натрію.

12.3 Відтворюваність

Абсолютна різниця між результатами двох окремих незалежних випробовувань, які отримані з використуванням одного й того самого методу на ідентичному досліджуваному матеріалі, в різних лабораторіях, різними операторами, які використовували різне обладнання, не повинна більш ніж у 5 % випадків бути більшою ніж 17 мг гідроксиду калію або 12 мг гідроксиду натрію.

13 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен містити таке:

- всю інформацію, необхідну для повного ідентифікування проби;
- метод відбирання проб, якщо він відомий;
- використаний метод випробовування, з посиланням на цей стандарт;
- всі деталі операцій, не описані в цьому стандарті, або згадані як необов'язкові, поряд з деталями непередбачених будь-яких випадків, які можуть вплинути на результат(-и) випробування;
- отриманий(-и) результат(и) випробування;
- якщо перевіряли повторюваність, кінцевий отриманий результат.

ДОДАТОК А (довідковий)

РЕЗУЛЬТАТИ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ВИПРОБУВАНЬ

Два міжлабораторні випробовування, організовані ВІРЕА на міжнародному рівні, проводили 24 лабораторії (випробування № 1) і 21 лабораторія (випробування № 2) відповідно. Кожна лабораторія, яка виконувала по два визначення, дала статистичні результати (оцінені згідно з ISO 5725)²⁾, які приведені в таблиці А.1.

Таблиця А.1 — Статистичні результати

Проба	Манні крупи Випробування № 1	Пшеничне борошно А Випробування № 1	Пшеничне борошно Випробування № 2	Пшеничне борошно В Випробування № 1	Манні крупи із твердої пшениці Випробування № 2
Кількість лабораторій, які залишилися після вилучення тих, які дали велику розбіжність	19	20	21	20	21
Значення кислотного числа жиру ¹⁾	17,2	29,4	44,7	73,3	45,8
Повторюваність стандартного відхилення, $s_r^{1)}$	0,80	1,49	1,15	1,49	1,72
Коефіцієнт зміни повторюваності, %	4,7	5,0	2,6	2	3,7
Межа повторюваності $t(2,83 s_r^{1})$	2,26	4,22	3,25	4,22	4,87
Відтворюваність стандартного відхилення, $s_R^{1)}$	4,81	4,24	6,76	7,33	5,73

²⁾ Стандарт ISO 5725:1986 (зараз анульований) був застосований для отримання точних даних.

Кінець таблиці А.1

Проба	Манні крупи Випробування № 1	Пшеничне борошно А Випробування № 1	Пшеничне борошно Випробування № 2	Пшеничне борошно В Випробування № 1	Манні крупи із твердої пшениці Випробування № 2
Коефіцієнт зміни відтворюваності, %	28	14	15	10	14
Межа відтворюваності $R(2,83 s_R)^1)$	13,61	11,99	19,12	20,74	16,22

¹⁾ Виражено в мілілітрах гідроксиду калію на 100 г сухої речовини.

ДОДАТОК В
(довідковий)**БІБЛІОГРАФІЯ**

1 ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility by interlaboratory tests (Точність методів випробування. Визначення повторюваності і відтворюваності міжлабораторними випробуваннями)

2 ISO 13690:—³⁾ Cereals, pulses and milled products — Sampling of static batches (Злакові, бобові і мелені продукти. Відбирання статичних проб).

ДОДАТОК НА
(обов'язковий)**ПЕРЕЛІК СТАНДАРТИВ, ІДЕНТИЧНИХ МІЖНАРОДНИМ,
ПОСИЛАННЯ НА ЯКІ є В ЦЬОМУ СТАНДАРТИ**

ГОСТ 29143–91 (ISO 712:1985) Зерно и зернопродукты. Определение влажности (Рабочий контрольный метод).

³⁾ Буде опубліковано.

67.060

Ключові слова: продукти сільськогосподарські, рослинні продукти, продукти харчові, зернові продукти, борошно (харчове), борошно пшеничне, манні крупи, проба, хімічне аналізування, визначення вмісту, кислотне число жиру.

Редактор О. Чихман
Технічний редактор О. Касіч
Коректор Т. Макарчук
Верстальник Л. Мялківська

Підписано до друку 14.04.2005. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Науково-редакційний відділ ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2