ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52466— 2005

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Метод определения кислотного числа жира

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом зерна и продуктов его переработки Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИЗ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 002 «Зерно, продукты его переработки и маслосемена»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 декабря 2005 г. № 484-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2010 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2006
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

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 Требования безопасности 2
5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы 2
6 Отбор проб 3
7 Приготовление рабочих растворов 3
8 Подготовка к проведению анализа 3
9 Проведение анализа 4
10 Обработка результатов анализа 4
11 Оформление результатов анализа 4
12 Метрологические характеристики 5
Библиография 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Метод определения кислотного числа жира

Grain and grain products.
Method for determination of acid number of fat

Дата введения — 2007—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на зерно и продукты его переработки: муку, крупу, зародышевые хлопья, отруби (далее — продукт) и устанавливает метод определения кислотного числа жира.

Сущность метода заключается в экстракции жира н-гексаном, последующем удалении растворителя, высушивании, взвешивании жира и титровании извлеченных свободных жирных кислот раствором КОН концентрации 0,1 моль/дм^3.

Диапазон измерений кислотного числа жира от 2 до 200 мг КОН на 1 г жира.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5223—99 Сита лабораторные для анализа зерновых культур. Технические требования

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 8.423—81 Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

* С 1 января 2010 г. введен в действие ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26312.1—84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

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

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

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

ГОСТ 30483—97 Зерно. Методы определения общего и фракционного содержания сорной и зерновой примесей; содержания мелких зерен и крупности; содержания зерен пшеницы, поврежденных клопом-черепашкой; содержание металломагнитной примеси

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по 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 положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **кислотное число жира (КЧЖ)**: Показатель, характеризующий количество свободных жирных кислот, извлеченных по методу, описанному в настоящем стандарте, и выраженный в мг КОН на 1 г жира.

4 Требования безопасности

4.1 Требования электробезопасности при работе с приборами по ГОСТ 12.2.007.0

4.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.3 При выполнении анализов необходимо выполнять требования безопасности при работе с химическими реактивами согласно ГОСТ 12.4.103.

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократных взвешиваний ± 0,01 г и ± 0,0001 г.

5.2 Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне от 40 °С до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

5.3 Эксикатор по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием.

5.4 Мельница лабораторная, обеспечивающая размол продукта (кроме муки) до крупности 0,8 мм.

5.5 Сито по ГОСТ Р ИСО 5223 с отверстиями диаметром 0,8 мм.

5.6 Мешалка магнитная с числом оборотов 120 в минуту.

5.7 Испаритель ротационный типа ИП-1 ЛТ.

5.8 Стакан химический по ГОСТ 25336 вместимостью 100 $см^3$.

5.9 Колба коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 100 $см^3$.

5.10 Колбы круглодонные по ГОСТ 25336 вместимостью 100, 200 $см^3$ со стандартным шлифом (тип К исполнения 1).

5.11 Воронки химические стеклянные по ГОСТ 25336 диаметром 70 или 100 мм.

5.12 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 10 и 50 $см^3$ 1-го класса.

5.13 Бюретка стеклянная по ГОСТ 29252 вместимостью 10, 20 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$ 1-го класса.

5.14 Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 500, 1000 $см^3$ 1-го класса.

5.15 Пипетка по ГОСТ 29227 вместимостью 5 $см^3$ 1-го класса.

5.16 Стекло часовое.

5.17 н-гексан по [1], х.ч.
5.18 Эфир медицинский по [2].
5.19 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.
5.20 Фенолфталеин по ГОСТ 4919.1, спиртовой раствор массовой концентрации 2 г/см^3.
5.21 Калия гидроокись по ГОСТ 24363, 0,1 моль/дм^3 водный раствор, ч.д.а.
5.22 Кислота серная (стандарт-титр) по [3] водный раствор 0,1 моль/дм^3.
5.23 Фильтры бумажные обеззоленные по [4] (синяя или белая лента) или бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
5.24 Кальций хлористый по [5], ч.
5.25 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
5.26 Секундомер механический по ГОСТ 8.423.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6 Отбор проб

6.1 Отбор проб зерна — по ГОСТ 13586.3.
6.2 Отбор проб муки и отрубей — по ГОСТ 27668.
6.3 Отбор проб крупы — по ГОСТ 26312.1.
6.4 Отбор проб зародышевых хлопьев — по ГОСТ 27668.

При невозможности провести анализы сразу после отбора проб их хранят в герметической таре при температуре от 0 °С до 5 °С не более 5 сут. Для контрольных определений часть отобранной пробы следует хранить в тех же условиях не более 15 сут. Перед взятием навесок для анализа пробы должны иметь температуру помещения лаборатории.

7 Приготовление рабочих растворов

7.1 Спиртовый раствор фенолфталеина массовой концентрации 2 г/см^3

В мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3 взвешивают на лабораторных весах по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания 0,01 г 2 г фенолфталеина по ГОСТ 4919.1, растворяют в 40 см^3 этилового спирта по ГОСТ Р 51652 и доводят объем до метки этиловым спиртом. Приготовленный раствор хранят 6 мес.

7.2 Водный раствор серной кислоты 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 или в соответствии с инструкцией к стандарт-титру по [3]. Приготовленный раствор хранят не более 6 мес.

7.3 Водный раствор гидроокиси калия 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 взвешивают на лабораторных весах 5,6 г гидроокиси калия по ГОСТ 24363 (5.21) и растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709, затем охлаждают до комнатной температуры и доводят до метки дистиллированной водой. Приготовленный раствор хранят в посуде из темного стекла не более 3 мес.

7.4 Спиртоэфирный раствор готовят путем смешивания небходимого объема этилового спирта по ГОСТ Р 51652 и медицинского эфира по [2], взятых в пропорции 1:1, затем добавляют пять капель фенолфталеина по 7.1 и оттитровывают 0,1 моль/дм^3 раствором гидроокиси калия по 7.3 до появления слабо-розовой окраски. Эту процедуру повторяют каждый раз перед проведением титрования. Приготовленный раствор хранят не более одного месяца.

8 Подготовка к проведению анализа

8.1 Из средней пробы выделяют и взвешивают 50 г анализируемого продукта на лабораторных весах, очищают от сорной примеси по ГОСТ 30483, размалывают (кроме муки) на лабораторной мельнице по 5.4 так, чтобы весь размолотый продукт прошел при просеивании через сито по ГОСТ Р ИСО 5223 с отверстиями диаметром 0,8 мм, и тщательно перемешивают.

8.2 Необходимое количество чистых сухих круглодонных колб по ГОСТ 25336 вместимостью 100, 200 см^3 выдерживают в течение часа в сушильном шкафу при температуре (70 ± 2)° С, охлаждают в эксикаторе по ГОСТ 25336 с хлористым кальцием по 5.24 в течение 30 мин и взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г. Колбы до проведения анализа хранят в эксикаторе.

9 Проведение анализа

9.1 Из анализируемого продукта, подготовленного по 8.1, отбирают и взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0002 г две навески массой по (10 ± 0,01) г каждая.

9.2 Навески помещают в химические стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3 , заливают 50 см^3 н-гексана по [1] каждый, прикрывают их часовым стеклом по ГОСТ 21400 и перемешивают на магнитной мешалке 10 мин. Смеси дают отстояться 10 мин для разделения осадка и растворителя. Если разделение идет медленно, то время отстаивания следует увеличить до 20 мин. Экстракцию проводят в вытяжном шкафу.

9.3 Надосадочный верхний слой н-гексана осторожно сливают из химического стакана в круглодонную колбу, подготовленную по 8.2, через бумажный фильтр «синяя лента» [4], вложенный в стеклянную воронку по ГОСТ 25336. При отсутствии фильтра «синяя лента» его можно заменить двойным фильтром «белая лента» или двойным фильтром из фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026. Фильтрование проводят в вытяжном шкафу. При получении мутного фильтрата фильтрование следует повторить. Затем н-гексан полностью удаляют из круглодонной колбы на ротационном испарителе при температуре (70 ± 2) °С.

9.4 Круглодонную колбу после освобождения от растворителя по 9.2 снаружи тщательно вытирают фильтровальной бумагой, помещают в сушильный шкаф по 5.2 и высушивают при температуре (70 ± 2) °С в течение часа, охлаждают в эксикаторе 30 мин до комнатной температуры и взвешивают на лабораторных весах с пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г. По разнице между массой круглодонной колбы, подготовленной по 8.2, и массой колбы с жиром по 9.4 определяют массу извлеченного жира.

Примечание — Если при отгонке растворителя шлиф колбы смазывался вакуумной смазкой, то последнюю следует удалить до помещения колбы в сушильный шкаф фильтровальной бумагой.

9.5 Весь извлеченный и высушенный жир по 9.4 растворяют в 10 см^3 спиртоэфирной смеси, подготовленной по 7.4, туда же вносят пять капель спиртового раствора фенолфталеина массовой концентрации 2 г/см^3, приготовленного по 7.1, и титруют гидроокисью калия, приготовленного по 7.3, до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

10 Обработка результатов анализа

Кислотное число жира анализируемого продукта (*КЧЖ*), мг КОН на 1 г жира, вычисляют по формуле

$$КЧЖ = \frac{5,611AK}{m}, \quad (1)$$

где 5,611 — постоянная величина, являющаяся для КОН расчетной массой его содержания в 1 см^3 0,1 моль/дм ^{3} раствора;

A — объем 0,1 моль/дм ^{3} КОН, пошедшего на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки к титру 0,1 моль/дм^3 раствора КОН;

m — масса извлеченного жира после высушивания, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака, с последующим округлением до первого десятичного знака.

11 Оформление результатов анализа

11.1 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости (сходимости), если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2(КЧЖ_1 - КЧЖ_2)100}{(КЧЖ_1 + КЧЖ_2)} \le r, \quad (2)$$

где $КЧЖ_1$ и $КЧЖ_2$ — результаты параллельных определений кислотного числа жира, мг КОН на 1 г жира;

r — значение предела повторяемости, % (таблица 1).

11.2 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{КЧЖ} \pm 0{,}01\delta\,\overline{КЧЖ}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (3)$$

где $КЧЖ$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, признанных приемлемыми, мг КОН на 1 г жира;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерений, мг КОН на 1 г жира	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\,\delta$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %
Кислотное число жира ($КЧЖ$)	2—200	10	2,5	5	7	14

12 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий в проведении анализа в точном соответствии с данным методом значение погрешности (и ее составляющих) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не превышает значений, приведенных в таблице 1.

Библиография

[1] ТУ 2631-002-05807999—98	н-гексан. Технические условия
[2] ФС 42-3643—98	Госфармакопея X. Эфир медицинский
[3] ТУ 2642-001-33813273—97	Кислота серная (стандарт-титр)
[4] ТУ 6-09-1678 —86	Фильтры бумажные обеззоленные
[5] ТУ 6-09-4711—81	Кальций хлористый гранулированный безводный

УДК 664.696:543.06:006.354	ОКС 67.060	С12 Н31 Н34 Н36	ОКСТУ 9109

Ключевые слова: зерно и продукты его переработки, свободные жирные кислоты, н-гексан, кислотное число жира, требования безопасности, термины и определения, подготовка анализа, проведение анализа, обработка результатов анализа, оформление результатов анализа, метрологические характеристики

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 25.04.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 105 экз. Зак. 44.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.