

## ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЗЕРНА

Определение кислотного числа жира

## ПРАДУКТЫ ПЕРАПРАЦОЎКІ ЗЕРНЯ

Вызначэнне кіслотнага ліку тлушчу

Издание официальное



---

УДК 664.696:543.06:006.354(476)

МКС 67.060

(КГС Н39)

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

---

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом зерна и продуктов его переработки (ВНИИЗ)

2 ПОДГОТОВЛЕН к введению в качестве государственного стандарта научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 25 июня 2001 г. № 23

4 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст ISO 7305:1988 «Продукты помола зерновых. Определение содержания жирных кислот», кроме разделов 2, 5, 6

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

---

Издан на русском языке

**Содержание**

Введение.....	IV
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Сущность метода .....	1
5 Реактивы.....	2
6 Аппаратура .....	2
7 Отбор проб .....	2
8 Подготовка пробы .....	2
9 Определение влажности пробы .....	2
10 Проведение анализа .....	3
11 Обработка результатов.....	3
12 Допустимая погрешность .....	4
13 Отчет об анализе .....	4
Приложение А Результаты межлабораторных испытаний .....	5
Приложение Б Библиография .....	6

## 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.

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЗЕРНА  
Определение кислотного числа жира

ПРАДУКТЫ ПЕРАПРАЦОЎКІ ЗЕРНЯ  
Вызначэнне кіслотнага ліку тлушчу

MILLED CEREAL PRODUCTS  
Determination of fat acidity

Дата введения 2002-11-01

## 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 ИСО 2170-97 Зерновые и бобовые. Отбор проб молотых продуктов

ГОСТ 4328-77 Реактивы. 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 установления 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 установленного 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 (КОН) или гидроксида натрия (NaOH) на 100 г сухого вещества (раздел 11).

## 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, герметично закрывающиеся.

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

**6.4** Пипетки вместимостью 20 и 30 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228.

**6.5** Конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

**6.6** Микробюретка с ценой деления 0,01 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251 и ГОСТ 29252.

**6.7** Роторная мешалка со скоростью вращения от 30 до 60 об/мин<sup>-1</sup>.

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

**6.9** Лабораторная мельница для размолва 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 (раздел 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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 устранил 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 сходимости, 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<sup>3</sup> экстракта на 20 см<sup>3</sup> этилового спирта (5.1).

## 11 Обработка результатов

### 11.1 Расчет кислотного числа жира по гидроксиду калия

Кислотное число жира  $A_K$ , мг КОН на 100 г сухого вещества, вычисляют по формуле

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

где  $c$  – точная концентрация используемого стандартного объемного раствора гидроксида натрия, моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  – масса навески, г (10.1);

$V_1$  – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup> (10.2);

$V_0$  – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на контрольное титрование, см<sup>3</sup> (10.3);

$w$  – влажность пробы, % (по массе) (раздел 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<sup>3</sup>;

$m$  – масса навески, г (10.1);

$V_1$  – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup> (10.2);

$V_0$  – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на контрольное титрование, см<sup>3</sup> (10.3);

$w$  – влажность пробы, % (по массе) (раздел 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 лабораторий (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**  
(информационное)

**Библиография**

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