**ГОСТ 31700-2012. Зерно и продукты его переработки. Метод определения кислотного числа жира**

ГОСТ 31700-2012

Группа С12
Н31
Н34
Н36

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЗЕРНО И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Метод определения кислотного числа жира

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

МКС 67.060

Дата введения 2013-07-01

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены [ГОСТ 1.0-92](http://docs.cntd.ru/document/1200006531) "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и [ГОСТ 1.2-2009](http://docs.cntd.ru/document/1200076496) "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены"

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением "Всероссийский научно-исследовательский институт зерна и продуктов его переработки" Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ "ВНИИЗ" Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 октября 2012 г. N 51)

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| Краткое наименование страны по [МК (ИСО 3166) 004-97](http://docs.cntd.ru/document/842501075) | Код страны по [МК (ИСО 3166) 004-97](http://docs.cntd.ru/document/842501075) | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
| Азербайджан | AZ | Азстандарт |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Кыргызстан | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Российская Федерация | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 [Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. N 1422-ст](http://docs.cntd.ru/document/902394380) межгосударственный стандарт ГОСТ 31700-2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения [ГОСТ Р 52466-2005](http://docs.cntd.ru/document/1200043576)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты".*

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты", а текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты"*

     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 KOH концентрации 0,1 моль/дм.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ИСО 3310-1:2000\* Сита лабораторные. Технические требования и испытания. Часть 1. Лабораторные сита из проволочной ткани
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Доступ к международным и зарубежным документам, упомянутым здесь и далее по тексту, можно получить перейдя по ссылке на сайт [http://shop.cntd.ru](http://docs.cntd.ru/document/902249298). - Примечание изготовителя базы данных.

[ГОСТ 8.423-81](http://docs.cntd.ru/document/1200006086) Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки

[ГОСТ 12.1.004-91](http://docs.cntd.ru/document/9051953) Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

[ГОСТ 12.2.007.0-75](http://docs.cntd.ru/document/1200008440) Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

[ГОСТ 12.4.009-83](http://docs.cntd.ru/document/1200003611) Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

[ГОСТ 12.4.103-83](http://docs.cntd.ru/document/1200005295) Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

[ГОСТ 1770-74](http://docs.cntd.ru/document/1200003853) (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

[ГОСТ 4919.1-77](http://docs.cntd.ru/document/1200017545) Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

[ГОСТ 6709-72](http://docs.cntd.ru/document/1200005680) Вода дистиллированная. Технические условия

[ГОСТ 12026-76](http://docs.cntd.ru/document/1200018094) Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

[ГОСТ 13586.3-83](http://docs.cntd.ru/document/1200024346) Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

[ГОСТ 21400-75](http://docs.cntd.ru/document/1200013953) Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

[ГОСТ 24104-2001](http://docs.cntd.ru/document/1200027328)\* Весы лабораторные. Общие технические требования
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ Р 53228-2008](http://docs.cntd.ru/document/1200076726), здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

[ГОСТ 24363-80](http://docs.cntd.ru/document/1200017451) Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

[ГОСТ 25336-82](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

[ГОСТ 25794.1-83](http://docs.cntd.ru/document/1200017569) Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

[ГОСТ 26312.1-84](http://docs.cntd.ru/document/1200022358) Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

[ГОСТ 27668-88](http://docs.cntd.ru/document/1200022387) Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

[ГОСТ 29227-91](http://docs.cntd.ru/document/1200024087) (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

[ГОСТ 29252-91](http://docs.cntd.ru/document/1200024092) (ИСО 385-2-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

[ГОСТ 30483-97](http://docs.cntd.ru/document/1200024413) 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 по указателю "Национальные стандарты", составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 KOH на 1 г жира

4 Требования безопасности

4.1 Требования электробезопасности при работе с приборами по [ГОСТ 12.2.007.0](http://docs.cntd.ru/document/1200008440)

4.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по [ГОСТ 12.4.009](http://docs.cntd.ru/document/1200003611).

4.3 При выполнении анализов необходимо выполнять требования безопасности при работе с химическими реактивами согласно [ГОСТ 12.4.103](http://docs.cntd.ru/document/1200005295).

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1 Весы лабораторные по [ГОСТ 24104](http://docs.cntd.ru/document/1200027328) 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](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) с хлористым кальцием.

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

5.5 Сито по ИСО 3310 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](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) вместимостью 100 см.

5.9 Колба коническая по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) вместимостью 100 см.

5.10 Колбы круглодонные по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) вместимостью 100, 200 см со стандартным шлифом (тип К исполнения 1).

5.11 Воронки химические стеклянные по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) диаметром 70 мм или 100 мм.

5.12 Цилиндры мерные по [ГОСТ 1770](http://docs.cntd.ru/document/1200003853) вместимостью 10 и 50 см 1 класса.

5.13 Бюретка стеклянная по [ГОСТ 29252](http://docs.cntd.ru/document/1200024092) вместимостью 10, 20 см с ценой деления 0,02 см1 класса.

5.14 Колбы мерные по [ГОСТ 1770](http://docs.cntd.ru/document/1200003853) вместимостью 500, 1000 см 1 класса.

5.15 Пипетка по [ГОСТ 29227](http://docs.cntd.ru/document/1200024087) вместимостью 5 см 1 класса

5.16 Стекло часовое.

5.17 Н-гексан х. ч.

5.18 Эфир медицинский.

5.19 Спирт этиловый ректификованный.

5.20 Фенолфталеин по [ГОСТ 4919.1](http://docs.cntd.ru/document/1200017545), спиртовой раствор с массовой концентрацией 2 г/см.

5.21 Калия гидроокись по [ГОСТ 24363](http://docs.cntd.ru/document/1200017451), водный раствор с концентрацией 0,1 моль/дм, ч.д.а.

5.22 Кислота серная (стандарт-титр) водный раствор с концентрацией 0,1 моль/дм.

5.23 Фильтры бумажные обеззоленные (синяя или белая лента) или бумага фильтровальная по [ГОСТ 12026](http://docs.cntd.ru/document/1200018094).

5.24 Кальций хлористый, ч.

5.25 Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](http://docs.cntd.ru/document/1200005680).

5.26 Секундомер механический по [ГОСТ 8.423](http://docs.cntd.ru/document/1200006086).

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](http://docs.cntd.ru/document/1200024346).

6.2 Отбор проб муки и отрубей - по [ГОСТ 27668](http://docs.cntd.ru/document/1200022387).

6.3 Отбор проб крупы - по [ГОСТ 26312.1](http://docs.cntd.ru/document/1200022358).

6.4 Отбор проб зародышевых хлопьев - по [ГОСТ 27668](http://docs.cntd.ru/document/1200022387).

При невозможности провести анализы сразу после отбора проб их хранят в герметичной 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, равную температуре помещения лаборатории.

7 Приготовление рабочих растворов

7.1 Спиртовой раствор фенолфталеина с массовой концентрацией 2 г/см

В мерную колбу по [ГОСТ 1770](http://docs.cntd.ru/document/1200003853) вместимостью 100 см взвешивают 2 г фенолфталеина по[ГОСТ 4919.1](http://docs.cntd.ru/document/1200017545) на лабораторных весах по [ГОСТ 24104](http://docs.cntd.ru/document/1200027328) с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания 0,01 г, растворяют в 40 см этилового спирта из пищевого сырья и доводят объем до метки этиловым спиртом. Приготовленный раствор хранят 6 мес.

7.2 Водный раствор серной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм готовят по [ГОСТ 25794.1](http://docs.cntd.ru/document/1200017569)или в соответствии с инструкцией к стандарт-титру. Приготовленный раствор хранят не более 6 мес.

**7.3 Водный раствор гидроокиси калия с концентрацией 0,1 моль/дм**

В мерную колбу вместимостью 1000 см взвешивают на лабораторных весах 5,6 г гидроокиси калия по [ГОСТ 24363](http://docs.cntd.ru/document/1200017451) (5.21) и растворяют в 500 см дистиллированной воды по[ГОСТ 6709](http://docs.cntd.ru/document/1200005680), 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 необходимого объема этилового спирта из пищевого сырья и медицинского эфира, взятых в пропорции 1:1 по объему, затем добавляют пять капель фенолфталеина по 7.1 и оттитровывают раствором гидроокиси калия с концентрацией 0,1 моль/дм 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 отбирают и взвешивают 50 г анализируемого продукта на лабораторных весах, очищают от сорной примеси по [ГОСТ 30483](http://docs.cntd.ru/document/1200024413), размалывают (кроме муки) на лабораторной мельнице по 5.4 так, чтобы весь размолотый продукт прошел при просеивании через сито по ИСО 3310 с отверстиями диаметром 0,8 мм, и тщательно перемешивают.

8.2 Необходимое количество чистых сухих круглодонных колб по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) вместимостью 100, 200 см выдерживают в течение часа в сушильном шкафу при температуре (70±2) °С, охлаждают в эксикаторе по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) 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](http://docs.cntd.ru/document/1200024082) вместимостью 100 см, заливают 50 см н-гексана в каждый, прикрывают их часовым стеклом по [ГОСТ 21400](http://docs.cntd.ru/document/1200013953) 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", вложенный в стеклянную воронку по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082). При отсутствии фильтра "синяя лента" его можно заменить двойным фильтром "белая лента" или двойным фильтром из фильтровальной бумаги по [ГОСТ 12026](http://docs.cntd.ru/document/1200018094). 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 фильтровальной бумагой до помещения колбы в сушильный шкаф.

9.5 Весь извлеченный и высушенный жир по 9.4 растворяют в 10 см спиртоэфирной смеси, подготовленной по 7.4, туда же вносят пять капель спиртового раствора фенолфталеина с массовой концентрацией 2 г/см, 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 , мг KOH на 1 г жира, вычисляют по формуле

, (1)

где  - постоянная величина, являющаяся для KOH расчетной массой его содержания в 1 см раствора с концентрацией 0,1 моль/дм;

 - объем раствора KOH с концентрацией 0,1 моль/дм, пошедшего на титрование, см;

 - коэффициент поправки к титру раствора KOH с концентрацией 0,1 моль/дм;

 - 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

, (2)

где  и  - результаты параллельных определений кислотного числа жира, мг KOH на 1 г жира;

 - значение предела повторяемости, % (таблица 1).

Таблица 1

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |
| Наиме-нование показателя | Диапазон изме-рений, мг KOH на 1 г жира | Показатель точности (границы относи-тельной погреш-ности) | Показатель повторяемости (относительное среднеквадра-тическое отклонение повторяемости), % | Показатель воспроизво-димости (относительное среднеквадра-тическое отклонение воспроизво-димости), , % | Предел повто-ряемости, % | Предел воспроизво-димости, % |
| Кислотное число жираГОСТ 31700-2012 Зерно и продукты его переработки. Метод определения кислотного числа жира | 2-200 | 10 | 2,5 | 5 | 7 | 14 |

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

, (3)

где  - среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, признанных приемлемыми, мг KOH на 1 г жира;

 - границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

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 0,95 не превышает значений, приведенных в таблице 1.