|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСС)**  **EURO-AZIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(EASC)** | | |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ ISO 7305-20\_\_**  *(проект KZ, первая редакция)* |

**ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЗЕРНА**

**Определение кислотного числа жира**

**(ISO 7305:2019 Milled cereal products – Determination of fat acidity, IDT)**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

**ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ**

**ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (ЕАСС)**

**EURO-ASIAN COUNCIL**

**FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (EASC)**

**202Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН РГП Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № от 20 г.).

За принятие стандарта голосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны  по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны  по МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|  |  |  |

4 Настоящий межгосударственный стандарт идентичен международному стандарту ISO 7305-2019 Milled cereal products – Determination of fat acidity (Продукты переработки зерна. Определение кислотного числа жира).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, Пищевые продукты, Подкомитет SC 4, Зерновые и бобовые.

Перевод с английского языка (en).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

###### 5 ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 31095-2002

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

Введение

Настоящий стандарт распространяется на метод определения количества жирных кислот с длинной цепью не эфирной 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% - 96% этанол, 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.

|  |
| --- |
| **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ** |
| **ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЗЕРНА**  **Определение кислотного числа жира**  **Milled cereal products – Determination of fat acidity** |
|  |

**Дата введения**

**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.

ПРИМЕЧАНИЕ – Метод применим также к зерну кукурузы, муке и крупам, полученным из нее, муке из ржи и овсяным хлопьям, но перед подтверждением этих областей применения необходимы дальнейшие межлабораторные испытания.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты и/или классификаторы:

ISO 712:2009 Cereals and cereal products – Determination of moisture content – Reference method (Зерно и зерновые продукты. Определение содержание влаги. Контрольный метод)

ISO 12099:2017 Animal feeding stuffs, cereals and milled cereal products – Guidelines for the application of near infrared spectrometry (Корма, зерно и продукты его переработки. Руководство по применению спектрометрии в ближней инфракрасной области)

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. 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 термин с соответствующим определением:

**3.1 кислотное число жира:** Показатель, характеризующий количество свободных жирных кислот, извлеченных по методу, описанному в настоящем стандарте**.**

Примечания

1 Кислотное число жира выражается в миллиграммах гидроксида калия на 100 г сухого вещества

2 Преобразование результата, полученного в результате расчета в разделе 11, может быть проведено для выражения результата в граммах серной кислоты.

4 Сущность метода

Метод состоит в извлечении жирных кислот этиловым спиртом при комнатной температуре с последующим центрифугированием и титрованием части экстракта гидроксидом натрия.

5 **Реагенты**

Используют только реагенты признанной аналитической чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Этанол, от 95 % до 96 % (по объему).

5.2 Гидроксид натрия, стандартный объемный раствор, c (NaOH) = 0,05 моль/л в этаноле (см. 5.1) (по объему), 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 должен быть бесцветным или соломенного цвета.

5.3 Тимолфталеин, раствор индикатора, 1 г на 100 мл в этаноле (см. 5.1) (по объему), цвет от прозрачного до синего.

**6 Аппаратура**

Обычное лабораторное оборудование, и в особенности следующее.

6.1 Сито, проволочные тканые, номинальный размер отверстий 160 мкм и 500 мкм.

6.2 Стаканы для центрифуги, вместимостью от 45 до 50 мл, герметично закрывающиеся.

6.3 Центрифуга, обеспечивающая ускорение 2 000 г.

6.4 Пипетки или автоматические распределители, вместимостью 20 мл и 30 мл.

6.5 Конические колбы, вместимостью 250 мл.

6.6 Микробюретка, с ценой деления 0,01 мл.

6.7 Роторная мешалка со скоростью вращения от 30 об/мин до 60 об/мин.

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

6.9 Дробилка, для размола манной крупы и макарон без существенного нагревания.

**7 Отбор проб**

Отбор проб не является частью метода, указанного в настоящем стандарте.

**8 Расчет и выражение результатов**

**8.1 Общие положения**

Кислотность увеличивается во время хранения, поэтому образцы должны храниться в закрытых бутылях при температуре около 4 °С. Образец достигает лабораторной температуры в закрытой бутылке, прежде чем начинают брать тестовые образцы.

**8.2 Продукты, для которых не требуется измельчение**

Продукты, в которых частицы полностью проходят через сито с размером ячеек 500 мкм (см. 6.1) и не менее 80 % которых проходят через сито с размером ячеек 160 мкм (см. 6.1), не требуют измельчения перед определением. До взятия навески пробу тщательно перемешивают (10.1).

**8.3 Продукты, для которых требуется измельчение**

Продукты, не соответствующие вышеупомянутым характеристикам размера частиц, должны быть измельчены.

Измельчают около 50 г образца при помощи мельницы (см. 6.9) до тех пор, пока не будут достигнуты характеристики размера частиц, указанные в 8.2. До взятия навески пробу тщательно перемешивают (см. 10.1).

**9 Определение влажности пробы**

Определяют влажность в испытываемом образце в соответствии с методом, указанным в ГОСТ ISO 712, или с использованием прибора, использующего спектроскопию в ближней инфракрасной области, характеристики которой были продемонстрированы в соответствии с ГОСТ ISO 12099-2017.

**10 Процедура**

**10.1 Количество определений**

Проводят два отдельных определения, используя образцы, приготовленные в соответствии с Разделом 8.

Если абсолютная разница между двумя результатами превышает предел повторяемости, определенный в 12.2, определение повторяют до тех пор, пока результат не будет соответствовать этому требованию.

**10.2 Испытываемая проба**

Взвешивают с точностью до 0.01 г примерно 5 г испытываемого образца (см. Раздел 8) и помещают его в центрифужную пробирку (см. 6.2).

**10.3 Определение**

В стакан для центрифуги (см. 6.2), при помощи пипетки (см. 6.4) добавляют 30 мл спирта (см. 5.1). Стакан герметично закрывают и содержимое перемешивают в течение 1 часа на роторной мешалке (см. 6.7) при комнатной температуре. Затем центрифугируют (см. 6.3) в течение 5 минут.

Используя пипетку (см. 6.4), переносят 20 мл надосадочной жидкости в коническую колбу (см. 6.5). Прибавляют 5 капель фенолфталеина (см. 5.3).

Титруют раствор, используя бюретку (см. 6.6), раствором гидроксида натрия (см. 5.2) до появления голубого цвета.

**10.4 Холостая проба**

Параллельно с определением проводят контрольное испытание, начиная с 10.3 и заменяя 20 мл надосадочной жидкости на 20 мл этанола (см. 5.1).

**11 Выражение результатов**

Кислотное число жира, ANa, выраженное в миллиграммах гидроксида натрия на 100 г сухого вещества, получается по формуле 1:

(1)

где

c – точная концентрация, выраженная в моль на литр, используемого стандартного объемного раствора гидроксида натрия;

m – масса навески в граммах (см. 10.2);

V1 – объем, в миллилитрах, раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование (10.3);

V0 – объем, в миллилитрах, раствора гидроксида натрия, израсходованного на контрольное титрование (см. 10.4);

w – влажность пробы, выраженная в процентах по массе (Раздел 9);

6 000 – коэффициент, применяемый для гидроксида натрия, т. e. (40 x 1,5 x 100). Рассчитывают арифметическое среднее двух результатов, соответствующих условиям повторяемости (см. 12.2). Полученный результат округляют с точностью до миллиграмма.

Для того, чтобы перевести результаты, полученные в миллиграммах гидроксида натрия в результаты, выраженные в граммах серной кислоты, полученный результат делят на 816.

**12 Допустимая погрешность**

**12.1 Общие положения**

Подробная информация о межлабораторных испытаниях точности метода указана в Приложении А. Значения, полученные в результате этих межлабораторных испытаний, могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от указанных. В таблице А.2 указаны значения r для разных уровней жирности кислоты.

**12.2 Сходимость, r**

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, допускается не более чем в 5% случаев.

r = sr × 2,77

r = (0,009 7x + 0,658 7) × 2,77

где

x – среднее кислотное числа жира.

**12.3 Воспроизводимость, R**

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами определений, полученными различными операторами, в разных лабораториях с использованием данного метода, идентичного материала, но разного оборудования.

На практике нецелесообразно сравнивать результаты двух лабораторий, если соответствующее испытание налагает условия повторяемости.

Подходящим инструментом сравнения является критическая разность, как описано в 12.4 и 12.5.

ПРИМЕЧАНИЕ – Стандартное отклонение воспроизводимости (SR = 0,053 2x + 2,520 8, где x – средняя кислотность жира), полученное в результате межлабораторных испытаний, является критерием оценки достоверности неопределенности.

**12.4 Сравнение двух наборов измерений в одной лаборатории**

Критическая разница между двумя усредненными значениями, полученными по двум результатам испытаний, в условиях повторяемости, CDr, равна формуле 2:

(2)

где

sr – стандартное отклонение повторяемости;

n1 и n2 – количество результатов испытаний, соответствующих каждому из усредненных значений;

х – средняя кислотность жира.

**12.5 Сравнение двух наборов измерений в двух лабораториях**

Критическая разница между двумя усредненными значениями, полученными в двух разных лабораториях, по двум результатам испытаний, в условиях повторяемости, CDR, равна Формуле 3:

(3)

где

sr – стандартное отклонение повторяемости;

SR – стандартное отклонение воспроизводимости;

n1 и n2 – количество результатов испытаний, соответствующих каждому из усредненных значений.

**12.6 Неопределенность**

Можно оценить неопределенность измерений, используя данные, полученные в результате исследований, проведенных в соответствии [2]. Стандартное отклонение воспроизводимости, полученное в совместном исследовании, является надежной основой для оценки неопределенности измерений, поскольку, по определению, неопределенность характеризует разброс значений, которые можно обоснованно отнести к параметру.

Расчетная расширенная неопределенность должна быть ≤ ±2 стандартного отклонения воспроизводимости.

**12.7 Протокол испытания**

Протокол испытания должен содержать следующее:

– всю информацию, необходимую для подтверждения достоверности проб и даты испытания;

– метод отбора проб (если он известен);

– использованный метод в настоящем стандарте;

– рабочие детали, не указанные в настоящем документе, или рассматриваемые как необязательные, но способные повлиять на результат испытаний.

**Приложение А**

**(справочное)**

**Результаты межлабораторных испытаний**

Повторяемость, воспроизводимость и критическая разность метода были определены при помощи двух межлабораторных испытаний, организованных BIPEA (Bureau Inter Professionnel d'Etudes Analytiques).

В этих испытаниях участвовало 24 лаборатории. Было проанализировано пять продуктов. Статистические результаты исследования, оцененные в соответствии с [1], [2] и [3], указаны в таблицах А.1 и А.2.

**Таблица A.1 – Статистические результаты**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Образец** | **Манная крупа** | **Мука пшеничная A** | **Мука пшеничная** | **Мука пшеничная B** | **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 жираа) | 12,3 | 21,0 | 31,9 | 52,3 | 32,7 |
| Стандартное отклонение повторяемости, *sr*а) | 0,57 | 1,06 | 0,82 | 1,06 | 1,23 |
| Коэффициент изменения повторяемости, % | 4,7 | 5,0 | 2,6 | 2,0 | 3,8 |
| Предел сходимости, *r* (2,77 *sr*)а) | 1,58 | 2,94 | 2,27 | 2,94 | 3,40 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, *SR*а) | 3,43 | 3,02 | 4,82 | 5,23 | 4,09 |
| Коэффициент изменения воспроизводимости, % | 28,0 | 14,4 | 15,1 | 10,0 | 12,5 |
| Предел воспроизводимости, *R* (2,77 *sR)а)* | 9,50 | 8,37 | 13,35 | 14,48 | 11,32 |
| а) Выражено в миллиграммах гидроксида натрия на 100 г сухого вещества. | | | | | |

****

**X – Средняя величина кислотного числа жира, Y – среднее отклонение, ■ – Sr, ♦ – SR**

**Рисунок A.1 Корреляция стандартных отклонений и средней величины кислотного числа жира**

**Таблица A.2 – Предложенная таблица точности на основании** [**Таблицы A.1**](#bookmark34) **и** [**Рисунка A.1**](#bookmark35)**, полученная по результатам межлабораторных испытаний**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| мг NaOH | *sr* | *r* | *SR* | *R* | *CDr* | *CDr* |
| 12,3 | 0,8 | 2,2 | 3,2 | 8,8 | 1,5 | 8,4 |
| 13,0 | 0,8 | 2,2 | 3,2 | 8,9 | 1,6 | 8,5 |
| 13,5 | 0,8 | 2,2 | 3,2 | 9,0 | 1,6 | 8,6 |
| 14,5 | 0,8 | 2,2 | 3,3 | 9,1 | 1,6 | 8,7 |
| 20,5 | 0,9 | 2,4 | 3,6 | 10,0 | 1,7 | 9,6 |
| 30,5 | 1,0 | 2,6 | 4,1 | 11,5 | 1,9 | 11,0 |
| 40,5 | 1,1 | 2,9 | 4,7 | 13,0 | 2,1 | 12,5 |
| 51,5 | 1,2 | 3,2 | 5,3 | 14,6 | 2,3 | 14,1 |
| 52,3 | 1,3 | 3,2 | 5,3 | 14,7 | 2,3 | 14,2 |

**с**

**sr = 0,009 7x + 0,658 7**

**SR = 0,053 2x + 2,520 8**

**Приложение ДА**

**(справочное)**

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам.

**Таблица ДА.1**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
| ISO 712:2009 | IDT | ГОСТ ISO 712-2015 Зерно и зерновые продукты. Определение содержания влаги. Контрольный метод |
| ISO 12099:2017 | IDT | ГОСТ ISO 12099-2017 Корма, зерно и продукты его переработки. Руководство по применению спектрометрии в ближней инфракрасной области |

**Библиография**

|  |  |
| --- | --- |
| [1] | ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений) |
| [2] | ISO 5725-3:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений) |
| [3] | ISO 5725-6:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике) |

|  |
| --- |
| УДК 63.635-05 МКС 67.060  **Ключевые слова:** Зерно, кислотное число жира, неопределенность, процедура, проба, мука, манная крупа |

Руководитель разработки

Заместитель Генерального

директора РГП «КазСтандарт» Шамбетова А.Б.

должность личная подпись инициалы, фамилия

Исполнитель

Эксперт по стандартизации Дуйсмухамбетова Ш.О.

должность личная подпись инициалы, фамилия