

PRODUKTY SPOŻYWCZE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-88
	Ziarno zbóż i przetwory zbożowe	8060-03
	Oznaczanie kwasowości tłuszczowej	Grupa katalogowa 1239

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie kwasowości tłuszczowej w ziarnie zbóż i przetworach zbożowych.

1.2. Określenia. Kwasowość tłuszczowa jest to zawartość wolnych kwasów tłuszczowych wyekstrahowanych alkoholem *n*-butylowym wyrażona w mg KOH potrzebnego do zobojętnienia wymienionych kwasów w 100 g badanego produktu.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Zasada metody polega na wyekstrahowaniu wolnych kwasów tłuszczowych alkoholem *n*-butylowym w temperaturze pokojowej i ich oznaczaniu przez miareczkowanie wodorotlenkiem potasowym.

2.2. Odczynniki i roztwory. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę do ogólnego laboratoryjnego stosowania, zwaną w dalszej części normy wodą.

a) Alkohol *n*-butylowy cz. $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, **substancja toksyczna.**

b) Fenoloftaleina, roztwór 0,04%(*m/m*). Rozpuścić 0,4 g fenoloftaleiny w 1000 ml 96%(*V/V*) alkoholu etylowego.

c) Fenoloftaleina, roztwór 2%(*m/m*). Rozpuścić 2 g fenoloftaleiny w 100 ml 96%(*V/V*) alkoholu etylowego.

d) Wodorotlenek potasowy, roztwór mianowany o $c(\text{KOH}) = 0,0178 \text{ mol/l}$ (1 ml roztworu = 1 mg KOH). Odmierzyć za pomocą cylindra pomiarowego 4,7 ml roztworu KOH (ilość ml, która odpowiada około 1 g KOH) z ampułki z roztworem KOH zawierającym 5,610 g KOH i rozcieńczyć w 1000 ml wody wolnej od CO_2 (świeżo przegotowanej i schłodzonej). Stężenie roztworu określić wg wzorcowego roztworu kwaśnego ftalanu potasowego wobec 3-4 kropli 2%(*m/m*) alkoholowego roztworu fenoloftaleiny.

e) Kwaśny ftalan potasowy $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH})\text{COOK}$, roztwór wzorcowy o stężeniu 0,0200 mol/l. W kolbie

miarowej pojemności 1000 ml rozpuścić 4,0846 g kwaśnego ftalanu potasowego w wodzie wolnej od CO_2 .

f) Dwuchromian potasowy $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ cz., roztwór 1%(*m/m*). Rozpuścić 1 g dwuchromianu potasowego w 100 ml wody.

g) Standard barwy badanej próbki. Do 50 ml wody dodawać po kropli 1%(*m/m*) roztworu dwuchromianu potasowego do momentu uzyskania barwy zbliżonej do barwy roztworu otrzymanego z wyekstrahowanej próbki przygotowanej do miareczkowania.

2.3. Aparatura i przyrządy

a) Młynek laboratoryjny umożliwiający uzyskanie stopnia rozdrobnienia podanego w 2.4.

b) Wytrząsarka mechaniczna przystosowana do wytrząsania kolb stożkowych pojemności 250 ÷ 300 ml, skoku — 50 mm, ilości suwów — około 50/min.

c) Waga techniczna o dokładności ważenia 0,01 g.

d) Biureta automatyczna pojemności 50 ml, z podziałką 0,1 ml.

e) Pipeta pomiarowa pojemności 25 ml.

f) Kolby stożkowe z korkiem szklanym doszlifowanym pojemności 250 lub 300 ml.

g) Kolby stożkowe pojemności 200 ml.

h) Cylindry pomiarowe sprawdzonej pojemności 25 i 100 ml. Cylinder pomiarowy pojemności 25 ml należy skalibrować wg menisku górnego.

i) Sączi z bibuły, karbowane.

j) Lejki szklane o średnicy 50 ÷ 60 mm.

k) Płytki Petriego o średnicy dostosowanej do średnicy używanych lejków.

2.4. Przygotowanie próbki do badań. Mąki i zarodki pszenne pobrane wg PN-72/A-74001 należy użyć do analizy bez uprzedniego ich rozdrabniania.

Ziarno, kasze, płatki i zarodki żytnie należy rozdrobnić w następujący sposób: około 100 g próbki pobranej wg PN-70/R-74010 (ziarno zbóż) i PN-72/A-74001 (przetwory zbożowe) rozdrobnić w młynku laboratoryjnym wg PN-73/A-74015. Stopień rozdrobnienia próbki powinien być następujący: przesiew przez sito opięte gazą młyńską o wielkości pierwiastka kwadratowego z prześwitu

Zgłoszona przez Centralne Laboratorium Technologii Przetwórstwa i Przechowalnictwa Zbóż
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Laboratorium Technologii Przetwórstwa i Przechowalnictwa Zbóż
dnia 30 czerwca 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1988, poz. 25)

- 710 μm — nie mniej niż 100%,
- 500 μm — 94 ÷ 98%,
- 210 μm — 55 ÷ 85%.

Mlewo w procesie rozdrabniania nie powinno nagrzewać się do temperatury wyższej niż 40°C. Rozdrobnienie próbek należy wykonać bezpośrednio przed przygotowaniem próbek do badań. Uzyskane próbki należy starannie wymieszać i oznaczyć w nich wilgotność wg PN-86/A-74011.

2.5. Przechowywanie próbek do badań. Próbki przetworów nie wymagających rozdrabniania oraz próbki rozdrobnionego ziarna lub przetworów nie powinny być przechowywane w temperaturze pokojowej dłużej niż 1 h. W przypadku konieczności dłuższego przechowywania próbki, należy umieścić ją w hermetycznie zamkniętym naczyniu w temperaturze około 4°C. Przed pobraniem odważki do analizy, próbkę doprowadzić do temperatury pokojowej.

2.6. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 2.4 odważyć 30 ± 0,01 g produktu i przenieść bez strat do kolby stożkowej (2.3f). Dodać 75 ± 0,5 ml alkoholu *n*-butylowego i szybko zamknąć szklanym korkiem. Kolbę z zawartością wytrząsać w ciągu 30 min, stosując wytrząsarkę mechaniczną (2.3b). W przypadku braku wytrząsarki można stosować ręczne 3-krotne energiczne wytrząsanie po 1 min. Pierwszy raz wytrząsać po dodaniu do próbki alkoholu *n*-butylowego, drugi raz — po 1 h i trzeci raz — po upływie 2 h od momentu zmieszania produktu z alkoholem *n*-butylowym. Po zakończeniu wytrząsania kolbę pozostawić pod wyciągiem na 20 ÷ 24 h. Po tym czasie zdekantowany płyn znad osadu ostrożnie przelać na karbowany sącdek. Sączyć bezpośrednio do cylindra pomiarowego (2.3h). W przypadku wolnego sączenia sącdek przykryć płytką Petriego dla zmniejszenia strat w wyniku parowania. 25 ± 0,1 ml przesącza przenieść do kolby stożkowej pojemności 200 ml. Następnie odpipetować 25 ml 0,04%(*m/m*) alkoholowego roztworu fenoloftaleiny i popłukując nim cylinder przenieść do kolby stożkowej z przesączem. Mieszaninę przesącza z 0,04%(*m/m*) alkoholowym roztworem fenoloftaleiny miareczkować mianowanym roztworem KOH (2.2d) do bladoróżowego zabarwienia. Dla ustalenia końcowego momentu miareczkowania należy posługiwać się standardem barwy badanej próbki wg 2.2g), przygotowanym przed miareczkowaniem badanego roztworu.

2.7. Próba ślepa. Należy ją wykonać każdorazowo przy zmianie odczynników. W tym celu mieszaninę 25 ml alkoholu *n*-butylowego i 25 ml 0,04%(*m/m*) alkoholowego roztworu fenoloftaleiny miareczkować mianowanym roztworem KOH (2.2d) wobec 3 kropli 2%(*m/m*) alkoholowego roztworu fenoloftaleiny do bladoróżowofioletowego zabarwienia.

2.8. Obliczanie wyniku oznaczania. Kwasowość tłuszczową (*X*) w przeliczeniu na suchą substancję obliczyć w mg KOH w 100 g produktu wg wzoru

$$X = \frac{(a - b) \cdot f \cdot 1000}{100 - w}$$

w którym:

- a* — objętość mianowanego roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania wyekstrahowanej próbki, ml,
- b* — objętość mianowanego roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania próby ślepej, ml,
- f* — współczynnik przeliczeniowy na roztwór mianowany o $c(\text{KOH}) = 0,0178 \text{ mol/l}$, obliczony z dokładnością do czwartego miejsca po przecinku wg wzoru

$$f = \frac{f_1}{f_2}$$

w którym:

- f_1 — stężenie roztworu KOH użytego do miareczkowania, obliczone z dokładnością do czwartego miejsca po przecinku,
- f_2 — 0,0178 (stężenie odpowiadające zawartości 1 mg KOH w 1 ml roztworu),
- w* — wilgotność badanej próbki, %.

2.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 5 mg KOH i podać z dokładnością do liczby całkowitej wg PN-70/N-02120 metoda Z.

W przypadku badania kwasowości tej samej partii produktu przez dwa laboratoria dopuszcza się różnicę między wynikami obu oznaczeń nie przekraczającą 10 mg KOH.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralne Laboratorium Technologii Przetwórstwa i Przechowalnictwa Zbóż, Warszawa.

2. Normy związane

PN-72/A-74001 Przetwory zbożowe. Pobieranie próbek
 PN-86/A-74011 Ziarno zbóż, nasiona roślin strączkowych i przetwory zbożowe. Oznaczanie wilgotności
 PN-73/A-74015 Przetwory zbożowe. Oznaczanie stopnia rozdrobnienia
 PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-70/R-74010 Ziarno zbóż i nasiona strączkowe jadalne. Pobieranie próbek

3. Normy międzynarodowe

ISO 7305 Milled cereal products. Determination of fat acidity
 AACC 02-01 Fat acidity. General method
 AACC 02-02 Fat acidity. Rapid method for grain
 AACC 02-03 Fat acidity. Rapid method for corn
 AACC-02-04 Fat acidity. Colorimetric method

4. Autorzy projektu normy — doc. mgr Zdzisław Duma, mgr inż. Ewa Deluga.