МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 10539— 2015

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения щелочности

(ISO 10539:2002, Animal and vegetable fats and oils — Determination of alkalinity, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 августа 2015 г. № 79-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 сентября 2015 г. № 1351-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 10539—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 10539:2002 «Животные и растительные жиры и масла. Определение щелочности» («Animal and vegetable fats and oils — Determination of alkalinity», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом ПК 11 «Жиры и масла животные и растительные» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

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»

© ISO, 2002 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения щелочности

Animal and vegetable fats and oils. Method for determination of alkalinity

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения щелочности животных и растительных жиров и масел без различения их состава. Метод не применим к сухим расплавленным животным жирам, и к маслам и жирам с кислотностью более 60 % (по массе), определенной в соответствии с ISO 660.

Примечание — Жиры и масла могут содержать щелочные компоненты либо естественного происхождения (например, кальциевые мыла из костей), либо случайного (например, натриевые мыла в не полностью обработанных рафинированных маслах и жирах).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 660:1996 Animal and vegetable fats and oils — Determination of acid value and acidity (Животные и растительные жиры и масла. Определение кислотного числа и кислотности)

ISO 661:1989 Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания)

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Термин и определение

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

3.1 **щелочность** (alkalinity): Массовая доля щелочи в жире или масле, определенная титрованием соляной кислотой в соответствии с методом, указанным в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Пробу для анализа растворяют в теплом растворе ацетона и титруют соляной кислотой.

5 Реактивы

Используют реактивы только известной аналитической степени чистоты, если не указано иное.

5.1 Вода, соответствующая требованиям 3-й степени чистоты по ИСО 3696.

5.2 Водный ацетон

Смешивают 970 см^3 ацетона, 20 см^3 воды и 10 см^3 раствора бромфенолового синего (2 г/дм^3 в ацетоне). Добавляют раствор гидроксида натрия [c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3] до получения синего цвета, затем добавляют соляную кислоту [c (HCl) = 0,1 моль/дм^3] до появления желтовато-зеленого цвета.

Издание официальное

5.3 Стандартный объемный раствор соляной кислоты, *c* (HCl) = 0,01 моль/дм^3, точная концентрация которого установлена не более чем за 7 дней перед использованием.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Посуда из боросиликатного стекла для водного ацетона (см. 5.2).

6.2 Конические колбы с широким горлом вместимостью от 400 см^3 до 500 см^3.

7 Отбор проб

Образец, полученный лабораторией, должен быть представительным и не должен быть поврежден или изменен во время транспортирования или хранения.

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

Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 5555.

8 Подготовка лабораторной пробы

Готовят лабораторную пробу в соответствии с ISO 661.

9 Проведение испытания

9.1 Подготовка аппаратуры

Промывают каждую коническую колбу (см. 6.2) и мешалку, которые будут использоваться, последовательными порциями по 20 см^3 водного ацетона (см. 5.2), до тех пор, пока цвет водного ацетона не перестанет меняться. Оставляют колбы и мешалку для просушивания.

9.2 Подготовка пробы для анализа

Из лабораторной пробы (раздел 8) взвешивают с точностью до 0,1 г пробу для анализа массой не более 40 г (см. таблицу 1) в соответствии с ожидаемым результатом и цветом образца. Твердую пробу расплавляют при температуре ниже точки кипения ацетона. Добавляют 100 см^3 раствора ацетона (см. 5.2), нагретого до 40 °С, и перемешивают. Оставляют, пока раствор не разделится на два слоя; в присутствии мыла верхний слой окрашен в синий цвет.

Таблица 1 — Масса пробы для анализа

Цвет образца	Ожидаемый результат, мг олеата натрия/кг образца	Масса, г
Светлый	до 500	40
Светлый	Св. 500 до 1 000	10
Светлый	Св. 1 000	4
Темный	Не имеет значения	2
Очень темный	Не имеет значения	1

Если масса пробы менее 10 г, берут несколько проб таким образом, чтобы их суммарная масса составляла не менее 5 г, титруют каждую пробу, суммируют массы проб и объемы титранта, производят расчет и принимают полученное значение за результат единичного определения.

9.3 Проведение определения

Титруют теплым (с температурой от 30 °С до 40 °С) раствором соляной кислоты (см. 5.3) при перемешивании до тех пор, пока цвет индикатора не изменится от синего (или сине-зеленого) до желтовато-зеленого цвета добавленного ацетона (см. 5.2). Оставляют смесь отстояться, чтобы можно было отчетливо наблюдать цвет.

Примечание — Рекомендуется использовать взрывозащищенное нагревательное устройство с магнитной мешалкой и бюреткой.

9.4 Количество определений

Выполняют два параллельных определения на одной и той же лабораторной пробе, причем для проб с массой менее 10 г анализируют несколько проб и производят расчет, принимая полученное значение за результат единичного определения (см. 9.2).

10 Обработка результатов

Щелочность может быть выражена массовой долей (содержанием) олеата натрия, млн$^{-1}$ (мг/кг), или массовой долей гидроксида натрия, %:

a) щелочность в пересчете на гидроксид натрия вычисляют по формуле

$$A = \frac{4Vc}{m},$$

b) щелочность в пересчете на олеат натрия вычисляют по формуле

$$S = 304000\frac{Vc}{m},$$

где A — щелочность, выраженная массовой долей гидроксида натрия, %;

S — щелочность, выраженная массовой долей (содержанием) олеата натрия, млн$^{-1}$ (мг/кг);

m — масса пробы, г;

c — точная концентрация используемого стандартного объемного раствора соляной кислоты, моль на литр;

V — объем стандартного объемного раствора соляной кислоты, используемого для титрования пробы, см^3.

В качестве результата принимают среднеарифметическое значение двух определений.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Подробности межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Значения, полученные этими межлабораторными испытаниями неприменимы к результатам, отличающимся от приведенных.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода, на идентичном анализируемом материале, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в течение короткого интервала времени, не должно более чем в 5 % случаев превышать пределы повторяемости r, приведенные в таблице А.1.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода, на идентичном анализируемом материале, в разных лабораториях различными операторами, использующими различное оборудование, не должно более чем в 5 % случаев превышать пределы воспроизводимости R, приведенные в таблице А.1.

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть указаны:

- вся информация, необходимая для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб, если он известен;

- метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все условия проведения испытаний, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как факультативные, а также подробная информация обо всех случаях, которые могли повлиять на результаты испытаний;
- полученные результаты испытаний или, если выполнены условия повторяемости, окончательный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания были проведены методом, приведенным в настоящем стандарте. Испытания, с участием пятнадцати лабораторий из шести стран, были организованы AFNOR и, с помощью статистического анализа, выполненного в соответствии с ISO 5725-2, получены данные по точности метода, приведенные в таблице А.1.

Таблица А.1 — Данные прецизионности

	Образец D	Образец E	Образец H
Число лабораторий	15	15	15
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	14	11	12
Среднее значение щелочности (мг/кг)	8,3	216,3	12,5
Стандартное отклонение повторяемости, s_r (мг/кг)	0,7	0,6	0,5
Коэффициент вариации повторяемости (%)	8,1	0,3	3,6
Предел повторяемости, r (мг/кг)	1,9	1,8	1,3
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R (мг/кг)	2,3	8,4	9,5
Коэффициент вариации воспроизводимости (%)	27,1	3,9	76,1
Предел воспроизводимости, R (мг/кг)	6,4	23,7	27,0

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 660:1996	—	*
ISO 661:1989	—	*
ISO 3696:1987	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Библиография

[1] ISO 5725-1:1994 *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions* [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения]

[2] 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]

[3] ISO 5555 *Animal and vegetable fats and oils — Sampling* (Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб)

[4] ISO/TC 34/SC 11 N 683 *Animal and vegetable fats and oils — Determination of alkalinity — Results of an international collaborative test* (Животные и растительные жиры и масла. Определение щелочности. Результаты межлабораторных испытаний)

УДК 543.241:006.354 МКС 67.200.10

Ключевые слова: масла растительные, жиры животные, щелочность

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.11.2019. Подписано в печать 06.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru