ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

ТОҢ МАЙ ЖӘНЕ МАЛ МЕН ӨСІМДІК МАЙЫ ҚЫШҚЫЛ САНЫ МЕН ҚЫШҚЫЛДЫҒЫН АНЫҚТАУ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА И КИСЛОТНОСТИ

ҚР СТ ИСО 660-2011

ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils. Determination of acid value and acidity» (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасының Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

ТОҢ МАЙ ЖӘНЕ МАЛ МЕН ӨСІМДІК МАЙЫ ҚЫШҚЫЛ САНЫ МЕН ҚЫШҚЫЛДЫҒЫН АНЫҚТАУ

ҚР СТ ИСО 660-2011

ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils. Determination of acid value and acidity» (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасының Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорынмен, стандарттау бойынша № 69 «Инфрақұрылымның инновациялық технологиялары» комитетімен **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасының Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2011 жылдың 17 қарашасындағы № 623-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 660-2009 «Animal and vegetable fats and oils - Determination of acid value and acidity» (ИСО 660 «Өсімдік және жануар майлары. Қышқыл санын және қышқылдығын анықтау») стандартқа барабар. Мемлекеттік және орыс тіліндегі мәтін ресми нұсқа болып табылады

Ағылшыннан аударылған (en)

Сәйкестік дәрежесі – барабар, IDT

4 АЛҒАШҚЫ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2016 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» көрсеткішінде жарияланады, ал өзгеріс мәтіні – «Мемлекеттік стандарттар» ай сайынғы ақпараттық көрсеткіштерде. Осы стандартты қайта қарастырған (күшін жойған) немесе ауыстырған жағдайда тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық көрсеткіште жарияланады.

Осы стандарт Қазақстан Республикасының Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе жартылай жүзеге асырыла, тираждала және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

ТОҢ МАЙ ЖӘНЕ МАЛ МЕН ӨСІМДІК МАЙЫ ҚЫШҚЫЛ САНЫ МЕН ҚЫШҚЫЛДЫҒЫН АНЫҚТАУ

Енгізілген күні 2012-07-01

1 Қолданылу саласы

Қазіргі мемлекеттік стандарт жануарлар және өсімдік майларындағы қышқылдық сан мен қышқылдықты анықтаудың үш әдісін (екі титрометрлік және бір потенциометрлік) бекітеді, бұдан әрі олар майлар деп аталады. Қышқылдық қышқылдық сан түрінде, немесе керісінше, қарапайым әдіспен есептелген қышқылдық ретінде өрнектеледі.

Қазіргі мемлекеттік стандарт тазартылған немесе тазартылмаған жануарлар және өсімдік майларына, сабын немесе техникалық майлы қышқылды алу үшін шикі майлы қышқылдарға қолданылады. Қазіргі әдістер балауыз үшін қолданылмайды.

Әдістер арнайы болмағандықтан, минералды қышқылдар және еркін май қышқылдары мен басқа органикалық қышқылдар арасындағы айырмашылық үшін қолданылуы мүмкін емес. Қышқылдық сан қатыса алатын кез келген минералдық қышқылдарды өзіне қосады.

2 Нормативтік сілтемелер

Қазіргі сатндартты қолдану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет. Сілтемелердің мерзімдерін белгілеу үшін сілтемелік құжаттың тек көрсетілген баспасы қолданылады.

ҚР СТ 1.9–2007 Қазақстан Республикасы техникалық реттеудің мемлекеттік жүйесі. Қазақстан Республикасында шетелдік мемлекеттердің халықаралық, аймақтық және ұлттық стандарттарын, стандарттау бойынша басқа нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі.

ISO 661:2003* Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample (Жануарлар және өсімдіктер майы. Зерттелетін сынаманы дайындау).

ISO 3696:1987* Water for analytical laboratory use. Specification and test methods (Зертханалық талдауға арналған су. Техникалық шарттар және сынақтан өткізу әдістері).

* *ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады*

3 Терминдер және анықтамалар

Қазіргі стандартта сәйкесінше анықтамалары бар келесі терминдер қолданылады:

3.1 **Қышқылдық сан** (acid value): 1 г май құрамындағы еркін май қышқылдарын нейтралдау үшін қажетті калия гидроқышқылының милиграммдар саны.

ЕСКЕРТПЕ: Қышқылдық сан граммға милиграммдарда өрнектеледі.

3.2 **Қышқылдық** (acidity): Бос май қышқылдарының пайыздық құрамының шартты өрнектелуі.

ЕСКЕРТПЕ Қышқылдық массаға пайыздық құрамы сияқты өрнектеледі. Егер анықтау нәтижесі нақты түсіндірусіз қышқыл ретінде берілсе, бұл қышқылдық майда олеин қышқылының пайыздық құрамымен өрнектелгенін білдіреді.

4 Әдістің маңызы

Сыналатын үлгіні ерітінді қоспада ерітеді (5 бөлім), және құрамындағы қылқылдарды калий гидроқышқылының немесе натрий гидроқышқылының этанол немесе метанол ерітіндісімен титрлейді.

9.1 және 9.2 көрсетілген әдістер үлгі-нұсқалық әдістер болып табылады.

5 Реактивтер

ЕСКЕРТПЕ Қауіпті заттарға қарауды бекітетін нормаларға мән беру керек. Техникалық, ұйымдық және жеке бас қауіпсіздік шараларын сақтау керек.

Егер өзгесі көрсетілмесе, тек тазалықтың аналитикалық дәрежесі танылған реактивтерді қолдану.

5.1 Ерітетін қоспа үшін А еріткіші, этанол, көлемдік еншісі $\varphi = 96$ %.

Ауыстыру ретінде пропан-2-ол қолдануға болады, көлемдік еншісі $\varphi = 99\%$.

5.2 Ерітетін қоспа үшін В еріткіші, диэтилді эфир, құрамында қышқыл жоқ.

Ауыстыру ретінде трет-бутил метил эфирін, пертолей эфирін (қайнау интервалы 40 °С ден 60 °С дейін) немесе толуолды қолдануға болады.

ЕСКЕРТПЕ Диэтилді эфир тез жалынданады, және жарылғыш қылқылдар туындатуы мүмкін. Үлкен қауіпсіздікпен пайдаланған жөн.

5.3 Еріткіш қоспа, А және В еріткіштерінің әр түрлі көлемдерін араластырады, (мысалы, $c_A = 50$ мл/100 мл және $c_B = 50$ мл/100 мл).

Қатты немесе жануар майлары үшін А еріткіші көлемінің бір еріткіш қоспасы (мысалы, 25 мл) және трет-бутил метил эфирі немесе толуолдың үш көлемі (мысалы, 75 мл) ұсынылады.

100 еріткіш қоспаға 0,3 мл фенолфлателин болғанда калий гидроқышқылының ерітіндісін қоса отырып, қолдану алдында нейтрлеу.

Калий гидроқышқылының сулы ерітіндісімен титрлеу үшін пропан-2-ол ерітіндісін қолдануға болады.

5.4 Минималды көлем еншісі, φ= 95 % этанол немесе метанол.

5.5 Натрий гидроқышқылы немесе калий гидроқышқылы, этанол немесе метанол стандартты титрленген ерітінділер, зат концентрациясының шамасы c(NaOH) немесе c(KOH) = 0,1 моль/л және 0,5 моль/л. Концентрацияны HCl стандартты титрленген ерітіндісімен тексерген жөн.

ЕСКЕРТПЕ Натрий/калий гидроқышқылының этанол/метанол ерітіндісін натрий/калий нидроқышқылының сулы ерітіндісімен ауыстыруға болады, тек енгізілетін су көлемі фазалардың бөлуіне әкелмейтін жағдайда.

5.6 Фенолфталеин, этанолдағы ерітінді, массалық концентрациясы, ρ = 1 г/100 мл.

5.7 Тимолфталеин, этанолдағы ерітінді, массалық концентрациясы, ρ = 2 г/100 мл.

5.8 6В негіздік көк бояғыш, этанолдағы ерітінді, массалық концентрациясы, ρ = 2 г/100 мл. Қара түсті майлар үшін негіздік көк бояғыш немесе тимолфталеин қолдану керек.

5.9 ISO 3696 сәйкес су, 3 дәрежеде.

6 Аппаратура

Қарапайым зертханалық жабдық, жеке алғанда келесілер.

6.1 Бюретка, көлемі 10 мл, 0,02 мл бөлгіштерімен, А класс [1].

6.2 Бюретка, көлемі 25 мл, 0,05 мл бөлгіштерімен, А класс [1].

6.3 Аналитикалық таразы, 0,001 г дейінгі өлшеу дәлдігімен.

6.4 Автоматты титрлеу үшін аппаратура (потенциометрлік электрод негізінде) немесе потенциометр.

6.5 Қышқылдық/негіздік сулы емес титрлеу үшін **pH құрастырма электрод.**

6.6 Градуирленген өлшегіш колбалар, көлемі 1000 мл, А класс [2].

7 Сынама сұрыптау

Тапсырылатын сынаманы зертханаға жеткізген жөн. Ол жеткізу немесе сақтау кезінде зақымданбауы немесе өзгермеуі керек.

Сынама сұрыптау қазіргі мемлекеттік стандартта көрсетілген әдіс бөлігі

болып табылады. Сынама сұрыптаудың рұқсат етілген әдісі [3] көрсетілген.

8 Сынақ үшін сынаманы дайындау

Егер сынамада ұшқыш май қышқылдары болса, онда сынақ үшін сынаманы қыздыруға немесе сүзгілеуге болмайтын жағдайлардан басқа, ISO 661 сәйкес сынақ үшін сынаманы дайындайды.

9 Процедура

9.1 Индикаторды қолдана отырып суық ерітінді әдісі (үлгі-нұсқалық әдіс)

9.1.1 Қышқылдық санның болжанатын шамасына байланысты, 1 кестеден үлгі асылмасының массасын және негіз концентрациясын таңдайды.

9.1.2 1 Кестеге сәйкес шекті колбада 250 мл асылмасын өлшейді.

9.1.3 50 мл ден 100 мл дейін нейтрленген еріткіш қоспаны (5.3) қосады да, асылманы ерітеді, егер қажет болса, жеңіл қыздырумен.

Жоғарғы балқу нүктесі бар сынамалар үшін этанол-толуол қоспасын қолданады.

9.1.4 Индикаторды қосқаннан кейін (5.6, 5.7 немесе 5.8), калий гидроқышқылының стандартты ерітіндісін (5.5) қолдана отырып тұрақты айналмамен титрлейді. Титрлеудің соңғы нүктесі негіздің бір тамшысын қосқанда минимум 15 секундқа созылатын жеңіл, бірақ белгілі түс өзгерісін туындатқанда жетеді.

1 кесте – Асылма массасы және негіз концентрациясы

Өнім тобы (мысалдар)	Шамалы қышқылдық сан	Үлгінің жұмысшы бөлігінің массасы, г	KOH концентрациясы моль/л	Үлгінің жұмысшы бөлігін өлшеу нақтылығы, г
Тазартылған өсімдік майы Жануар майы	0 ден 1 дейін	20	0,1	0,05
Тазартылмағын өсімдік майы	1 ден 4 дейін	10	0,1	0,02
Техникалық сортты жануарлар майы	4 тен 15 дейін	2,5	0,1	0,01
Сабынды қайнату үшін май қоспасының май қышқылдары	15 тен 75 дейін	0,5 3,0	0,1 0,5	0,001
Техническалық май қышқылдары	» 75	0,2 1,0	0,1 0,5	0,001

9.2 Потенцометрлік титрлеуді қолдана отырып суық ерітінді әдісі (үлгі-нұсқалық әдіс)

9.2.1 1 кестеге сәйкес зертханалық стаканда 150 мл асылмасын өлшейді.

9.2.2 50 мл ден 100 мл дейін нейтрленген еріткіш қоспаны (5.3) қосады да, асылманы ерітеді, егер қажет болса, жеңіл қыздырумен.

Жоғарғы балқу нүктесі бар сынамалар үшін этанол-толуол қоспасын қолданады.

9.2.3 Еріткіш қоспаға құрама электродты енгізеді және автоматтық титрлеу үшін аппаратурамен қосады.

9.2.4 Араластырғышты минимум 30 секундқа қосады, және бұдан кейін калий гидроқышқылының стандартты ерітіндісін (5.5) қолдана отырып тұрақты айналмамен титрлейді.

9.2.5 Эквивалентті нүктеге жеткен кезде, қолданылған стандартты ерітіндінің мөлшерін жазып алады.

9.3 Индикаторды қолдана отырып ыстық этанол әдісі

9.3.1 Қазіргі әдісте көрсетілген шарттарда егер қысқа тізбекті май қышқылдары бар болса, онда олар ұшқыш болып келеді.

9.3.2 1 кестеде көрсетілгендей, түсі мен ұсынылатын қышқылдық санына сәйкес колбада асылманың жеткілікті массасын өлшейді.

9.3.3 Екінші колбадағы 0,5 мл фенолфталеин индикаторынан тұратын 50 мл этанолды қайнағанға дейін қыздырады. Этанол температурасы 70 °С әлі жоғары болып тұрғанда, оны 0,1 моль/л натрий гидроқышқылы және калий гидроқышқылы ерітіндісімен нейтралдайды.

Титрлеудің соңғы нүктесі негіздің бір тамшысын қосқанда минимум 15 секундқа созылатын жеңіл, бірақ белгілі түс өзгерісін туындатқанда жетеді.

Қара майлар үшін этанол мен индикатордың үлкен көлемдері қажет болуы мүмкін. Бұдан басқа, қара түсті майлар үшін негіздік көк боялыш немесе тимолфталеин қолдану керек.

9.3.4 Нетралданған этанолды бірінші колбадағы асылмаға қосады және мұқият араластырады. Құрамын қайнауға дейін жеткізеді және натрий немесе калий гидроқышқылының ерітіндісімен титрлейді, титрлеу кезінде колба құрамын қайратты шайқайды.

10 Есептелінуі

Қышқылдық сан, w_{AV}, немесе бос май қышқылының құрамында болуы, w_{FFA}, есепке келесі түрде кіргізіледі:

a) 0 ден 1 дейін қоса интервалда екіге дейінгі ондық белгілердің дәлдігімен;

b) 1 ден 100 дейін қоса интервалда бірінші ондық белгіге дейін;

c) мәндер үшін бүтін сан сияқты> 100.

Келесі есептеулерге толықтыруға, бос майлы қышқылдың

(қышқылдықтың) шамалы құрамы осыдан есептелінеді:

$w_{FFA} = 0,5 \times w_{AV}$

10.1 Қышқылдық сан

Массалық енші сияқты өрнектелген қышқылдық сан, w_{AV} мынаған тең болады

$$w_{AV} = \frac{56,1 \times cV}{m}, \quad (1)$$

мұндағы c нақты концентрация, литрге шаққанда мольмен, натрий немесе калий гидроқышқылының титрленген стандартты ерітіндісімен қолданылған;

V-көлем, миллиметрда, натрий немесе калий гидроқышқылының титрленген стандартты ерітіндісімен қолданылған;

m -масса, граммда, асылмалар.

10.2 Қышқылдық немесе еркін май қышқылдарының құрамында болуы

Пайыздық массалық енші сияқты өрнектелген қышқылдық немесе бос майлы қышқылдардың құрамы, w_{FFA}, және май типіне сәйкес (2 кестені қараңыз), тең болады

$$w_{FFA} = \frac{VcM \times 100}{1000 \times m}, \quad (2)$$

мұндағы V көлем, миллиметрда, натрий немесе калий гидроқышқылының волюметрлік стандартты ерітіндісімен қолданылған;

c концентрация, литрге шаққанда мольмен, натрий немесе калий гидроқышқылының волюметрлік стандартты ерітіндісімен қолданылған;

M мольдік масса, мольге шаққанда граммда, май типіне сәйкес нәтижені өрнектеу үшін (2 кестені қараңыз) таңдалған;

m масса, граммда, асылмалар.

2 кесте – Қышқылдықты өрнектеу үшін май қышқылын таңдау

Май түрі	Сапасында өрнектелген	Мольдік массасы г/моль
Какос майы Сүйекті пальма майы және ұқсас майлар	Лаурин қышқылы	200
Пальма майы	Пальмитин қышқылы	256
Кейбір зиягүлдерден майлар (*Cruciferae*) [a]	Эрук қышқылы	338
Барлық қалған майлар	Олеин қышқылы	282

ЕСКЕРТПЕ Егер нәтиже бұдан кейінгі анықтамасыз «қышқылдық» сияқты берілетін болса, онда ол анқытама бойынша олеин қышқылы сияқты өрнектелгендігін білдіреді. Егер сынама минералдық қышқылдардан тұрса, онда анықтамасы бойынша майлы қышқылдар сияқты анықталады.

[a] Егер рапс майы эрук қышқылының максималды құрамы 5% болса, онда қышқылдық олеин қышқылдығы сияқты өрнектелуі керек.

11 Дәлдігі

Зертхана аралық сынақтар бойынша толық ақпарат А қосымшасында берілген. Осы сынақтардан алынған мәндер көрсетілгендерден басқа, концентрациялар мен матрицалардың диапазондарына қолданылуы мүмкін емес.

11.1 Қайталануы

Қысқа мерзім ішінде, әр түрлі жабдықты қолдана отырып әр түрлі операторлармен орындалған, әр түрлі зертханаларда, ұқсас сынамалық материалда, сол бір әдіспен алынған, бір сынақтың екі тәуелсіз нәтижелерінің арасындағы абсолютті айырмашылық А.1-А.3 кестелерінде келтірілген мәндерден асатын 5% жағдайлардан артық болмауы керек.

11.2 Өндірістілігі

Әр түрлі жабдықты қолдана отырып әр түрлі операторлармен орындалған, әр түрлі зертханаларда, ұқсас сынамалық материалда, сол бір әдіспен алынған, бір сынақтың екі тәуелсіз нәтижелерінің арасындағы абсолютті айырмашылық А.1-А.3 кестелерінде келтірілген мәндерден асатын 5% жағдайлардан артық болмауы керек.

12 Сынақтар туралы есеп

Сынақтар туралы есеп, кемінде келесі ақпараттан тұруы керек:

a) сынаманы толығымен теңдестіру үшін қажетті барлық мәліметтер;

b) қазіргі стандартқа сілтеме;

c) қолданылған өрнектеу әдісін нақты көрсеттетін алынған нәтиже;

d) қазіргі мемлекеттік стандартта көрсетілмеген, немесе қосымша сияқты қарастырылатын кез келген пайдалану шарттары.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Зертхана аралық сынақтардың нәтижелері

Зертхана аралық зерттеулердің нәтижелерінде халықаралық негізде әдістің дәлдігі. Нәтижелер эталондық әдістер үшін А.1 кестесінде 9.1 және 9.2, ыстық этанол әдісі үшін (9.3) А.2 және А.3 Кестесінде келтірілген.

9.1 ден 9.3 дейін жазылған әдістерді қолдана отырып, сан алуан зертханаларда өткізілген, зертхана аралық сынақтардың сериясы А.1-А.3 кестелерінде келтірілген статистикалық нәтижелерді берді ([4] және [5] сәйкес бағаланған).

А.1 кесте – Статистикалық нәтижелерді қысқа ұсыну

(КОН/г май мг өрнектелген қышқылдық сан)

Сынама	Тазартылған рапс майы	Шошқа майы	Тазартылмаған күнбағыс майы	Lampante Бір рет прессталған зәйтүн майы	Суық сығылған бидай өркендерінің майы	Техникалық майлы қышқылдар
Қатысушы зертханалар саны, N	26	26	26	26	26	26
Ауытқуларды жойғаннан кейін қалған зертханалар саны, n	25	24	26	24	23	24
Әрбір сынама бойынша барлық зертханалардың жеке сынақтарының нәтижелер саны, n_z	50	48	52	48	46	48
Орташа мәні,, w_{AV}, мг/г[a]	0,080	0,381	1,39	5,48	7,48	128,1
Қайталанудың стандартты ауытқуы, s_r, мг/г [a]	0,003	0,006	0,04	0,07	0,08	0,6
Қайталану вариациясының коэффициенті, CV(r), %	3,6	1,7	2,6	1,2	1,1	0,4
Қайталану шегі, r (s_r Ч 2,8), мг/г[a]	0,008	0,018	0,10	0,19	0,23	1,6
Өндірістілігінің стандартты ауытқуы, s_R, мг/г[a]	0,018	0,019	0,05	0,15	0,40	2,6
Өндірістілік вариациясының коэффициенті, CV(R), %	22,2	5,0	3,6	2,7	5,3	2,1
Өндірістілік шегі, R (s_R Ч 2,8), мг/г[a]	0,049	0,053	0,14	0,41	1,12	7,4

[a] Қышқылдық үшін нақты деректерді бос майлы қышқылдардың пайыздық құрамы ретінде қышқылдық сан үшін 1,99 тиісті мәндерді бөлу көмегімен анықтауға болады.

А.2 кесте – Статистикалық нәтижелерді қысқа ұсыну
(пайыздық массалық енші сияқты өрнектелген қышқылдық)

Сынама	Etra Бір рет прессте-лген зәйтүн майы	Lampante Бір рет прессте-лген зәйтүн майы		Зәйтүн майы	Күнбағыс майы	Какос майы
Қатысушы зертханалар саны, N	39	28	28	37	23	25
Ауытқуларды жойғаннан кейін қалған зертханалар саны, n	37	26	24	37	22	25
Әрбір сынама бойынша барлық зертханалардың жеке сынақтарының нәтижелер саны, n_z	74	52	48	74	44	50
Орташа мәні, w_{FFA}, % массалық үлесі	0,343	3,80	19,55	0,604	0,830	1,49
Қайталанудың стандартты ауытқуы, s_r, %	0,007	0,03	0,09	0,012	0,009	0,009
Қайталану вариациясының коэффициенті, CV(r), %	1,9	0,8	0,5	1,9	1,1	0,6
Қайталану шегі, r (s_r Ч 2,8), %	0,018	0,07	0,26	0,033	0,025	0,025
Өндірістілігінің стандартты ауытқуы, s_R, %	0,019	0,12	0,60	0,035	0,027	0,027
Өндірістілік вариациясының коэффициенті, CV(R), %	5,5	3,2	3,1	5,8	3,3	1,8
Өндірістілік шегі, R (s_R Ч 2,8), %	0,053	0,33	1,67	0,098	0,075	0,075

А.3 кесте – Статистикалық нәтижелерді қысқа ұсыну
(пайыздық массалық енші сияқты өрнектелген қышқылдық)

Сынама	Пальма майы		Пальма ядросының майы		
Қатысушы зертханалар саны, N	12	27	41	41	23
Ауытқуларды жойғаннан кейін қалған зертханалар саны, n	10	27	39	40	22
Әрбір сынама бойынша барлық зертханалардың жеке сынақтарының нәтижелер саны, n_z	20	54	78	80	44
Орташа мәні, w_{FFA}, % массалық үлесі	3,11	4,09	6,46	1,72	7,26
Қайталанудың стандартты ауытқуы, s_r, %	0,01	0,021	0,03	0,02	0,03
Қайталану вариациясының коэффициенті, CV(r), %	0,4	0,5	0,4	0,1	0,3
Қайталану шегі, r (s_r Ч 2,8), %	0,03	0,06	0,07	0,06	0,07
Өндірістілігінің стандартты ауытқуы, s_R, %	0,161	0,064	0,082	0,07	0,085
Өндірістілік вариациясының коэффициенті, CV(R), %	5,2	1,6	1,3	4,1	1,2
Өндірістілік шегі, R (s_R Ч 2,8), %	0,45	0,18	0,23	0,20	0,24

Библиография

[1] ISO 385 Laboratory glassware. Burettes (Шыныдан зертханалық ыдыстар. Бюреткалар)

[2] ISO 1042 Laboratory glassware. One-mark volumetric flasks (Шыныдан зертханалық ыдыстар. Бір таңбасы бар өлшегіш колбалар)

[3] ISO 5555 Animal and vegetable fats and oils. Sampling (Жануарлар және өсімдіктер майы. Сынама сұрыптау)

[4] ISO 5725:1986 Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Сынама әдістерінің Призиондық. Зертхана аралық сынақтардың көмегімен стандартты әдіс нәтижелерінің қайталануы мен жүргізілуін анықтау)

[5] ISO 5725 (all parts), Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results (барлық бөлімдер), А Дәлдік (дұрыстық және призиондық) әдістер мен өлшеу нәтижелерінің)

[6] IUPAC method 2.201, Determination of the acid value (A.V.) and the acidity (2.201 әдіс, қышқылдық сан (A.V.) мен қышқылдықты анықтау)

УДК 612.392 **МКС 67.200.10**

Түйінді сөздер: жануарлар және өсімдік майларында қышқылдықты анықтау, қышқылдық, қышқылдық саны

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА И КИСЛОТНОСТИ

СТ РК ИСО 660-2011

ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils. Determination of acid value and acidity» (IDT)

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии», Техническим комитетом по стандартизации № 69 «Инновационные технологии инфраструктуры»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 17 ноября 2011 года № 623-од

3 Настоящий стандарт идентичен ISO 660-2009 «Animal and vegetable fats and oils - Determination of acid value and acidity» (ИСО 660 «Жиры и масла животные и растительные. Определение кислотного числа и кислотности») Официальной версией является текст на государственном и русском языке

Международный стандарт был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 34 Пищевые продукты, Подкомитетом SC 11 Животные и растительные жиры и масла

Перевод с английского языка (en)

Степень соответствия – идентичная, IDT

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2016 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без решения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА И КИСЛОТНОСТИ

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий государственный стандарт устанавливает три метода (два титрометрических и один потенциометрический) определения кислотного числа и кислотности в животных и растительных жирах и маслах, именуемых в дальнейшем как жиры. Кислотность выражается в виде кислотного числа, или наоборот, как кислотность, вычисленная обычным способом.

Настоящий государственный стандарт применим к очищенным и неочищенным животным и растительным жирам и маслам, жирным кислотам, сырью для получения мыла или техническим жирным кислотам. Настоящие методы не применяют для восков.

Поскольку методы являются неспецифичными, они не могут быть использованы для различия между минеральными кислотами, свободными жирными кислотами и другими органическими кислотами.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа.

СТ РК 1.9 – 2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ISO 661:2003* Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Подготовка исследуемой пробы).

ISO 3696:1987* Water for analytical laboratory use. Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания).

**Применяется в соответствии с СТ РК 1.9*

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **Кислотное число** (acid value): Количество миллиграммов гидроокиси калия, требуемое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира или масла.

ПРИМЕЧАНИЕ: Кислотное число выражается в миллиграммах на грам.

3.2 **Кислотность** (acidity): Условное выражение процентного содержание свободных жирных кислот.

ПРИМЕЧАНИЕ: Кислотность выражается как процентное содержание на массу. Если результат определения дается как кислотность без подробного объяснения, это означает, что кислотность выражается процентным содержанием олеиновой кислоты в жире.

4 Сущность метода

Испытуемый образец растворяют в растворяющей смеси (Раздел 5), и присутствующие кислоты титрируют с этаноловым или метаноловым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

Методы, указанные в 9.1 и 9.2 являются эталонными методами.

5 Реактивы

ПРИМЕЧАНИЕ Необходимо обратить внимание на нормы, устанавливающие обращение с опасными веществами. Необходимо соблюдать технические, организационные и индивидуальные меры безопасности.

Применять только реактивы признанной аналитической степени чистоты, если не указано иное.

5.1 Растворитель А для растворяющей смеси (5.3), этанол, объемная доля $\varphi = 96$ %.

В качестве замены можно применить пропан-2-ол, объемная доля $\varphi = 99\%$.

5.2 Растворитель В для растворяющей смеси (5.3), диэтиловый эфир, не содержащий перекись.

В качестве замены можно применить трет-бутил метиловый эфир, петролейный эфир (интервал выкипания от 40 °С до 60 °С) или толуол.

ПРИМЕЧАНИЕ Диэтиловый эфир легко воспламеним, и может образовывать взрывчатые перекиси. Необходимо использовать с большой осторожностью.

5.3 Растворяющая смесь, смешивают равные объемы растворителя А и В, (например, c_A = 50 мл/100 мл и c_B = 50 мл/100 мл).

Для твердых или животных жиров, рекомендуется растворяющая смесь одного объема растворителя А (например, 25 мл) и три объема трет-бутил метилового эфира или толуола (например, 75 мл).

Нейтрализовать непосредственно перед использованием, добавляя раствор гидроокиси калия в присутствии 0,3 мл фенолфлателина на 100 мл растворяющей смеси.

Для титрования с водным раствором гидроокиси калия, можно использовать раствор пропан-2-ол.

5.4 Этанол или метанол, минимальная объемная доля, φ= 95 %.

5.5 Гидроокись натрия или гидроокись калия, этаноловые или метанольные стандартные титрованные растворы, величина концентрации вещества c(NaOH) или c(KOH) = 0,1 моль/л и 0,5 моль/л. Концентрацию необходимо проверять стандартным титрованным раствором HCl.

ПРИМЕЧАНИЕ Этаноловый/метаноловый раствор гидроокиси натрия/калия можно заменить водным раствором гидроокиси натрия/калия, но только в том случае, если объем вводимой воды не ведет к разделению фаз.

5.6 Фенолфталеин, раствор в этаноле, массовая концентрация, ρ = 1 г/100 мл.

5.7 Тимолфталеин, раствор в этаноле, массовая концентрация, ρ = *2* г/100 мл.

5.8 Щелочной голубой краситель 6 В, раствор в этаноле, массовая концентрация, ρ = *2* г/100 мл. Для жиров темного цвета необходимо использовать **щелочной голубой краситель** или **тимолфталеин.**

5.9 Вода в соответствии с ИСО 3696.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Бюретка, объемом на 10 мл, с делениями 0,02 мл, [1] класс А.

6.2 Бюретка, объемом на 25 мл, с делениями 0,05 мл, [1] класс А.

6.3 Аналитические весы, с точностью взвешивания до 0,001 г.

6.4 Аппаратура для автоматического титрования (на основе потенциометрического электрода) или потенциометр.

6.5 Комбинированный электрод pH для основных неводно-кислотных титрований.

6.6 Градуированные мерные колбы, объемом на 1000 мл, [2] класс А.

7 Отбор проб

Представленную пробу следует отправить в лабораторию. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не является частью метода, указанного в настоящем государственном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб указан в [3].

8 Подготовка пробы для испытания

Подготавливают пробу для испытания в соответствии с ISO 661, за исключением случаев, если проба содержит летучие жирные кислоты, то пробу для испытания нельзя нагревать или фильтровать.

9 Процедура

9.1 Метод холодного растворителя с использованием индикатора (эталонный метод)

9.1.1 В зависимости от предполагаемой величины кислотного числа, выбирают массу навески образца и концентрацию щелочи из Таблицы 1.

9.1.2 В соответствии с Таблицей 1, взвешивают навеску в 250 мл конической колбе.

9.1.3 Добавляют от 50 мл до 100 мл нейтрализованной растворяющей смеси (5.3), и растворяют навеску, если необходимо, с легким нагреванием.

Для проб с высокой точкой плавления используют смесь этанол-толуол.

9.1.4 После добавления индикатора (5.6, 5.7 или 5.8), титруют с постоянным вращением, используя стандартный раствор гидроокиси калия (5.5). Конечная точка титрования достигается, когда добавление одной капли щелочи производит легкое, но определенное цветовое изменение, продолжающееся минимум 15 секунд.

Таблица 1- Массы навески и концентрации щелочи

Группа продукта (примеры)	Приблизительное кислотное число	Масса рабочей части образца, г	Концентрация KOH моль/л	Точность взвешивания рабочей части образца,г
Очищенные растительные масла Животные жиры	От 0 до 1	20	0,1	0,05
Неочищенные растительные масла	От 1 до 4	10	0,1	0,02
Животные жиры технического сорта	От 4 до 15	2,5	0,1	0,01

Жирные кислоты жировой смеси для варки мыла	От 15 до 75	0,5 3,0	0,1 0,5	0,001
Технические жирные кислоты	75	0,2 1,0	0,1 0,5	0,001

9.2 Метод холодного растворения с использованием потенциометрического титрования (эталонный метод)

9.2.1 В соответствии с Таблицей 1, взвешивают навеску в 150 мл лабораторном стакане.

9.2.2 Добавляют от 50 мл до 100 мл нейтрализованной растворяющей смеси (5.3), и растворяют навеску, если необходимо, с легким нагреванием.

Для проб с высокой точкой плавления используют смесь этанол-толуол.

9.2.3 Вводят комбинированный электрод в растворяющую смесь и соединяют с аппаратурой для автоматического титрования.

9.2.4 Запускают мешалку минимум на 30 секунд, и затем титруют с постоянным вращением, используя стандартный раствор гидроокиси калия (5.5).

9.2.5 Как только достигнута эквивалентная точка, записывают количество использованного стандартного раствора.

9.3 Метод горячего растворения с использованием индикатора

9.3.1 При условиях, указанных в настоящем методе, жирные кислоты с короткой цепью, если присутствуют, являются летучими.

9.3.2 В колбе взвешивают достаточную массу навески, как показано в Таблице 1, в соответствии с цветом и предполагаемым кислотным числом.

9.3.3 Нагревают до кипения 50 мл этанола, содержащего 0,5 мл фенолфталеинового индикатора во второй колбе. Пока температура этанола все еще выше 70 °С, его нейтрализуют раствором 0,1 моль/л гидроокиси натрия или гидроокиси калия.

Конечная точка титрования достигается, когда добавление одной капли щелочи производит легкое, но определенное цветовое изменение, продолжающееся минимум 15 секунд.

Для темных жиров могут потребоваться большие объемы этанола и индикатора. Кроме того, для жиров темного цвета необходимо использовать щелочной голубой краситель или тимолфталеин.

9.3.4 Нейтрализованный этанол добавляют к навеске в первой колбе и тщательно смешивают. Содержимое доводят до кипения и титруют с раствором гидроокиси натрия или калия, энергично взбалтывая содержание колбы во время титрования.

10 Вычисление

Кислотное число, w_{AV}, или содержание свободной жирной кислоты, w_{FFA}, заносится в отчет следующим образом:

a) с точностью до двух десятичных знаков в интервале от 0 до 1 включительно;

b) до первого десятичного знака в интервале от 1 до 100 включительно;

c) как целое число для значений > 100.

В добавление к следующим вычислениям, приблизительное содержание свободной жирной кислоты (кислотности) вычисляется из:

$$w_{FFA} = 0{,}5 \text{ x } w_{AV}$$

10.1 Кислотное число

Кислотное число, w_{AV}, выраженное как массовая доля, равняется

$$w_{AV} = \frac{56{,}1 \times cV}{m}, \quad (1)$$

где c- точная концентрация, в молях на литр, использованного титрированного стандартного раствора гидроокиси натрия или калия;

V - объем, в миллилитрах, использованного титрированного стандартного раствора гидроокиси натрия или калия;

m - это масса, в граммах, навески.

10.2 Кислотность или содержание свободной жирной кислоты

Кислотность или содержание свободной жирной кислоты, w_{FFA}, выраженное как процентная массовая доля, и в соответствии с типом жира (см. Таблицу 2), равняется

$$w_{FFA} = \frac{VcM \times 100}{1000 \times m}, \quad (2)$$

где V объем, в миллилитрах, использованного волюметрического стандартного раствора гидроокиси натрия или калия;

c концентрация, в молях на литр, использованного волюметрического стандартного раствора гидроокиси натрия или калия;

M это молярная масса, в граммах на моль, кислоты, выбранной для выражения результата (см. Таблицу 2) в соответствии с типом жира;

m это масса, в граммах, навески.

Таблица 2- Выбор жирной кислоты для выявления кислотности

Тип жира	Выраженный в качестве	Молярная масса г/моль
Кокосовое масло Косточковое пальмовое масло и подобные масла	Лауриновая ксилота	200
Пальмовое масло	Пальмитиновая кислота	256
Масла из некоторых крестоцветных (*Cruciferae)* [a]	Эруковая кислота	338
Все остальные масла	Олеиновая кислота	282

ПРИМЕЧАНИЕ Если результат дается как «кислотность» без дальнейшего определения, это означает, что, по определению, она выражена как олеиновая кислота. Если проба содержит минеральные кислоты, они, по определению, определяются как жирные кислоты.

[a] Если рапсовое масло имеет максимальное содержание эруковой кислоты 5%, кислотность должна выражаться как олеиновая кислота.

11 Точность

Подробная информация по межлабораторным испытаниям дана в Приложении А. Значения, выведенные из этих испытаний, не могут быть применимы к диапазонам концентрации и матриц, кроме тех, которые указаны.

11.1 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами одного испытания, полученными тем же методом, на идентичном испытательном материале, в той же лаборатории, проведенного одним и тем же оператором, используя то же оборудование, в течение короткого промежутка времени, должна быть не более 5% случаев, превышающих значения, приведенные в таблицах А.1-А.3.

11.2 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами одного испытания, полученными тем же методом, на идентичном испытательном материале, в разных лабораториях, проведенными разными операторами, используя разное оборудование, должна быть не более 5% случаев, превышающих значения, приведенные в таблицах А.1-А.3.

12 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен содержать, по меньшей мере, следующую информацию:

а) все сведения, необходимые для полной идентификации пробы;

b) ссылка на настоящий стандарт;

c) полученный результат, четко указывающий используемый метод выражения;

d) любые условия эксплуатации, не указанные в настоящем государственном стандарте, или рассматриваемые как дополнительные.

Приложение А
(информационное)
Результаты межлабораторных испытаний

Точность метода в результате межлабораторных исследований на международной основе. Результаты приведены в Таблице А.1 для эталонных методов в 9.1 и 9.2, и в Таблицах А.2 и А.3 для метода горячего этанола (9.3).

Серия межлабораторных испытаний, проведенных различным количеством лабораторий, используя методы, описанные в 9.1 до 9.3, дала статистические результаты (оценены в соответствии с [4] и [5]), приведенные в Таблицах А.1-А.3.

Таблица А.1-Краткое изложение статистических результатов
(кислотное число, выраженное как жир мг KOH/г)

Проба	Очищенное рапсовое масло	Свиной жир	Неочищенное подсолнечное масло	Оливковое масло первого прессования Lampante	Масло ростков пшеницы холодного отжима	Технические жирные кислоты
Количество участвующих лабораторий, N	26	26	26	26	26	26
Количество лабораторий, оставшихся после устранения отклонений, n	25	24	26	24	23	24
Количество результатов индивидуальных испытаний всех лабораторий по каждой пробе, n_z	50	48	52	48	46	48
Среднее значение, w_{AV}, мг/г[a]	0,080	0,381	1,39	5,48	7,48	128,1
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, мг/г [a]	0,003	0,006	0,04	0,07	0,08	0,6
Коэффициент вариации повторяемости, CV(r), %	3,6	1,7	2,6	1,2	1,1	0,4
воспроизводимости, s_R, мг/г [a]						

Таблица А.1 *(продолжение)*

Стандартное отклонение	0,018	0,019	0,05	0,15	0,40	2,6
воспроизводимости, s_R, мг/г [a]						
Коэффициент вариации воспроизводимости, CV(R), %	22,2	5,0	3,6	2,7	5,3	2,1
Предел воспроизводимости, R (s_R Ч 2,8), мг/г [a]	0,049	0,053	0,14	0,41	1,12	7,4

[a] Точные данные для кислотности в качестве процентного содержания свободных жирных кислот можно вычислить с помощью деления соответствующих значений для кислотного числа на 1,99.

Таблица А.2-Краткое изложение статистических результатов
(кислотность, выраженная как процентная массовая доля)

Проба	**Пальмовое масло**		**Пальмоядровый жир**		
Количество участвующих лабораторий, N	12	27	41	41	23
Количество лабораторий, оставшихся после устранения отклонений, n	10	27	39	40	22
Количество результатов индивидуальных испытаний всех лабораторий по каждой пробе, n_z	20	54	78	80	44
Среднее значение, w_{FFA}, % массовая доля	3,11	4,09	6,46	1,72	7,26
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, %	0,01	0,021	0,03	0,02	0,03
Коэффициент вариации повторяемости, CV(r), %	0,4	0,5	0,4	0,1	0,3
Предел повторяемости, r (s_r Ч 2,8), %	0,03	0,06	0,07	0,06	0,07
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R, %	0,161	0,064	0,082	0,07	0,085
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	5,2	1,6	1,3	4,1	1,2
Предел воспроизводимости, R (s_R Ч 2,8), %	0,45	0,18	0,23	0,20	0,24

Таблица А.3-Краткое изложение статистических результатов
(кислотность, выраженная как процентная массовая доля)

Проба	Оливковое масло первого прессования Etra	Оливковое масло первого прессования Lampante		Оливковое масло	Подсолнечное масло	Кокосовое масло
Количество участвующих лабораторий, N	39	28	28	37	23	25
Количество лабораторий, оставшихся после устранения отклонений, n	37	26	24	37	22	25
Количество результатов индивидуальных испытаний всех лабораторий по каждой пробе, n_z	74	52	48	74	44	50
Среднее значение, w_{FFA}, % массовая доля	0,343	3,80	19,55	0,604	0,830	1,49
Стандартное отклонение повторяемости, s_r, %	0,007	0,03	0,09	0,012	0,009	0,009
Коэффициент вариации повторяемости, CV(r), %	1,9	0,8	0,5	1,9	1,1	0,6
Предел повторяемости, r (s_r Ч 2,8), %	0,018	0,07	0,26	0,033	0,025	0,025
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R, %	0,019	0,12	0,60	0,035	0,027	0,027
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	5,5	3,2	3,1	5,8	3,3	1,8
Предел воспроизводимости, R (s_R Ч 2,8), %	0,053	0,33	1,67	0,098	0,075	0,075

Библиография

[1] ISO 385 Laboratory glassware. Burettes (Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки)

[2] ISO 1042 Laboratory glassware. One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой)

[3] ISO 5555 Animal and vegetable fats and oils. Sampling (Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб)

[4] ISO 5725:1986 Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний)

[5] ISO 5725 (all parts), Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results ((все части), А Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений)

[6] IUPAC method 2.201, Determination of the acid value (A.V.) and the acidity (метод 2.201, Определение кислотного числа (A.V.) и кислотности)

УДК 612.392 **МКС 67.200.10**

Ключевые слова: определения кислотности в животных и растительных жирах и маслах, кислотность, кислотное число

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru