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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 935—
2017**

МАСЛА И ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение титра

(ISO 935:1988, IDT)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2018**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 7 июля 2017 г. № 99-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 июля 2017 г. № 675-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 935—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 935:1988 «Животные и растительные жиры и масла. Определение титра» («Animal and vegetable fats and oils — Determination of titre», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 1988 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

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

МАСЛА И ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение титра

Animal and vegetable fats and oils. Determination of titre

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод подготовки водонерастворимых жирных кислот животных и растительных жиров и масел и определения их температуры застывания, называемой титром жира или масла.

Метод не применим к жирам и маслам, титр которых ниже 30 °С.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание документа. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 661:2003 Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания)

ISO 5555:2001 Animal and vegetable fats and oils — Sampling (Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб)

3 Термин и определение

В настоящем стандарте применен термин с соответствующим определением.

3.1 **титр** (titre): Постоянная температура, наблюдаемая при временной остановке понижения температуры жидких жирных кислот, или, в случае повышения температуры, максимальная температура, достигнутая в ходе охлаждения при непрерывном перемешивании.

4 Сущность метода

Омыление анализируемой пробы раствором гидроксида калия в глицерине, растворение мыла в воде и нейтрализация. Промывка выделенных нерастворимых жирных кислот горячим раствором хлорида натрия, высушивание и фильтрация. Расплавление приготовленных жирных кислот, их охлаждение при непрерывном перемешивании и регистрация температуры застывания при остановке падения температуры, которое может сопровождаться временным повышением температуры.

5 Реактивы

Используют реактивы только известной аналитической степени чистоты.

Используемая вода должна быть дистиллированной или эквивалентной степени чистоты.

Издание официальное

5.1 Калия гидроксид, раствор в глицерине, приготовленный растворением 100 г гидроксида калия в 500 г глицерина при нагревании не более чем до 130 °С. При более высоких температурах может происходить вспенивание.

5.2 Кислота серная, раствор, приготовленный путем осторожного добавления одного объема концентрированной серной кислоты (d = 1,84 г/см^3) к четырем объемам воды при перемешивании.

5.3 Натрия хлорид, раствор массовой концентрацией 100 г/дм^3.

5.4 Натрия сульфат безводный.

5.5 Метиловый оранжевый, раствор массовой концентрацией 5 г/дм^3.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, и в частности следующее.

6.1 Колба плоскодонная или стакан из боросиликатного стекла, вместимостью 1 дм^3.

6.2 Плита электрическая, обеспечивающая контролируемую температуру приблизительно 130 °С и (140 ± 10) °С, желательно снабженная магнитной мешалкой.

6.3 Воронка делительная, вместимостью 500 см^3.

6.4 Устройство охлаждающее, снабженное мешалкой для непрерывного перемешивания (рисунок 1).

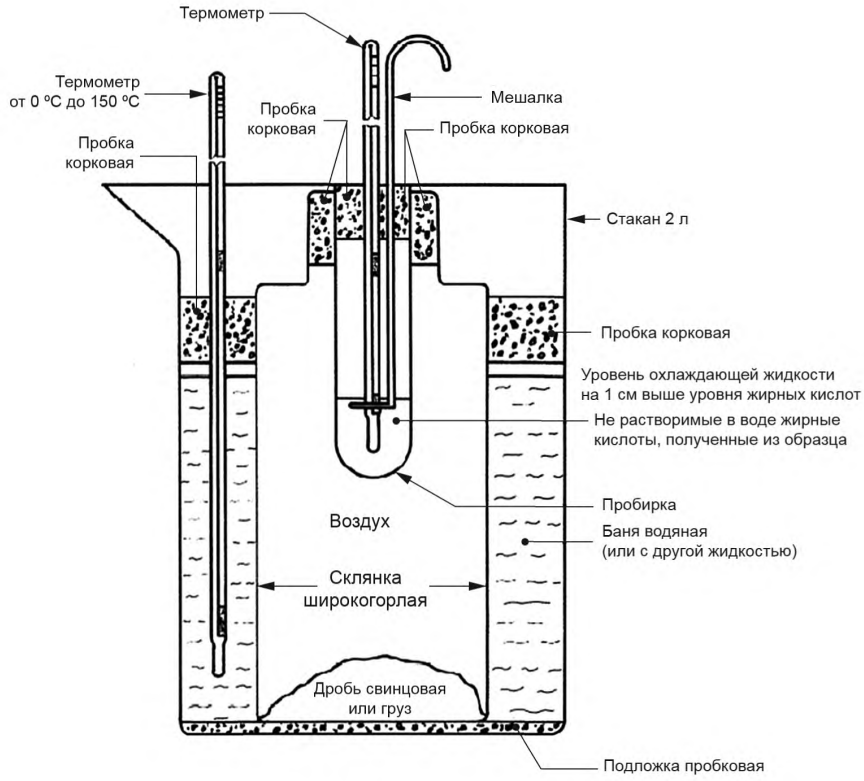

Рисунок 1 — Охлаждающее устройство

6.4.1 Склянка широкогорлая, высотой 130 мм и внешним диаметром 100 мм.

6.4.2 Пробирка, 100 × 25 мм, снабженная мешалкой, которая может работать непрерывно и перемещаться по вертикали на расстоянии около 40 мм. Пробирку можно промаркировать на высоте 55 мм. Мешалка должна быть изготовлена из стекла или инертного металла диаметром от 2 до 3 мм и согнута с нижнего конца таким образом, чтобы сформировать полный круг диаметром 19 мм в горизонтальной плоскости.

6.4.3 Пробка корковая плоская, соответствующая склянке (6.4.1) с центральным отверстием для пробирки (6.4.2).

6.4.4 Термометр, с ценой деления 0,1 °С, калиброванный для температурного диапазона, в пределах которого снижается и останавливается температура, установленный так, чтобы его шарик находился на высоте около 10 мм от дна пробирки (6.4.2).

6.5 Баня водяная (или с другой жидкостью), способная поддерживать температуру на 20 °С—25 °С ниже ожидаемого титра.

7 Отбор проб

Отбор проб — по ISO 5555.

8 Подготовка испытуемого образца

Готовят испытуемый образец в соответствии с ISO 661.

9 Процедура

9.1 Приготовление жирных кислот, не растворимых в воде

Взвешивают около 110 г раствора гидроксида калия (5.1) в колбе или химическом стакане вместимостью 1 $дм^3$ (6.1). Перемешивают и нагревают на плите (6.2) примерно до 130 °С. Добавляют около 45 г испытуемого образца (раздел 8), нагретого примерно до 60 °С. Перемешивают смесь на плите, нагретой до (140 ± 10) °С, до тех пор, пока омыление не завершится, о чем свидетельствует прозрачность и однородность смеси и образование пены, устойчивой в течение нескольких минут после прекращения перемешивания и нагревания.

Дают температуре снизиться примерно до 105 °С. Добавляют при перемешивании 300 $см^3$ горячей воды. Продолжают перемешивать и нагревать (при необходимости до кипения), пока мыло полностью не растворится. Добавляют раствор серной кислоты (5.2), как правило, около 50 $см^3$, при перемешивании, до тех пор, пока смесь не будет иметь нейтральную реакцию по метиловому оранжевому (5.5). Продолжают нагревание и перемешивание до тех пор, пока жирные кислоты не образуют прозрачный жидкий поверхностный слой.

Примечание — Если присутствуют короткоцепочечные жирные кислоты, кислую смесь нагревают с обратным холодильником.

Переносят горячую смесь в делительную воронку (6.3). Отделяют и отбрасывают водный слой.

Промывают жирные кислоты тремя порциями, по 150 $см^3$, раствора хлорида натрия (5.3), достаточно горячего, чтобы сохранять жирные кислоты в жидком состоянии. После каждого промывания как можно более полно отделяют водный слой и отбрасывают его.

Переносят жирные кислоты в химический стакан вместимостью 100 $см^3$, добавляют приблизительно 5 г безводного сульфата натрия (5.4) и перемешивают. Фильтруют через сухой бумажный фильтр, следя, чтобы жирные кислоты оставались жидкими.

9.2 Определение титра

Нагревают жирные кислоты (9.1) до температуры примерно на 10 °С выше ожидаемого титра. Наливают их в пробирку (6.4.2) на высоту 55 мм, собирают охлаждающее устройство (6.4) и помещают его в баню (6.5). Немедленно начинают перемешивание с помощью мешалки со скоростью от 80 до 100 полных движений по вертикали в минуту.

Наблюдают температуру, которая после быстрого первоначального снижения начинает медленно падать с началом кристаллизации и затем становится постоянной или поднимается в течение 30 с. Останавливают перемешивание.

Записывают с точностью до 0,1 °С значение постоянной температуры или максимальной температуры, достигнутой при некотором подъеме титра.

9.3 Количество определений

Выполняют два определения (9.2) на одних и тех же подготовленных жирных кислотах (9.1).

10 Обработка результатов

10.1 Метод расчета

За результат принимают среднеарифметическое двух определений (9.3), при условии выполнения требований повторяемости (10.2). При невыполнении требований повторяемости (10.2) выполняют еще два определения на тех же подготовленных жирных кислотах (9.1).

Результат записывают до первого десятичного знака.

10.2 Повторяемость

Расхождение между значениями двух определений, проведенных в быстрой последовательности одним и тем же аналитиком на одних и тех же подготовленных пробах жирных кислот, не должно превышать 0,2 °С.

Примечание — Значение 0,2 °С было принято исторически в нескольких странах. Последние исследования не дают никаких оснований не соглашаться с этим значением.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать указание на используемый метод и полученный результат.

Протокол должен также содержать сведения об условиях испытания, не указанных в настоящем стандарте или рассматриваемых как необязательные, а также о любых обстоятельствах, которые могли повлиять на результат.

Протокол должен включать все подробности, требуемые для полной идентификации образца.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 661:2003	IDT	ГОСТ ISO 661—2016 «Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания»
ISO 5555:2001	NEQ	ГОСТ 32190—2013[1)] «Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичный стандарт;
- NEQ — неэквивалентный стандарт.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5555—2010 «Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб».

УДК 543.062:006.354 МКС 67.200.10 IDT

Ключевые слова: животные жиры, растительные масла, определение титра, температура застывания

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 22.08.2018. Подписано в печать 04.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru