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, IDT)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2016**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров) на основе аутентичного перевода на русский язык международного 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 Animal and vegetable fats and oils — Determination of alkalinity (Животные и растительные жиры и масла. Определение щелочности).

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).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта в соответствии с требованиями межгосударственной системы стандартизации.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

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

Степень соответствия − идентичная (IDT).

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2016

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

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

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 межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 660:1996 Животные и растительные жиры и масла. Определение кислотного числа и кислотности	–	*
ISO 661:1989 Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания	–	*
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	–	*

*Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

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 *Н.Н. Мигунова*

Корректор *М.И. Першина*

Компьютерная верстка *Д. М. Кульчицкого*

Подписано в печать 24.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 45 экз. Зак. 3758.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru